

Nágilla Huerb de Azevedo

**INCORPORAÇÃO DE NANOBASTÕES DE CARBETO DE
SILÍCIO EM MATRIZES CIMENTÍCIAS**

Dissertação submetida ao Programa de
Pós-Graduação em Engenharia Civil da
Universidade Federal de Santa
Catarina, para obtenção do Grau de
Mestre em Engenharia Civil.
Orientador: Prof. Dr. Philippe Jean
Paul Gleize.

Florianópolis
2015

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor,
através do Programa de Geração Automática da Biblioteca Universitária da UFSC.

Azevedo, Nágilla Huerb de
INCORPORAÇÃO DE NANOBASTÕES DE CARBETO DE SILÍCIO EM
MATRIZES CIMENTÍCIAS / Nágilla Huerb de Azevedo ;
orientador, Philippe Jean Paul Gleize - Florianópolis, SC,
2015.
109 p.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Santa
Catarina, Centro Tecnológico. Programa de Pós-Graduação em
Engenharia Civil.

Inclui referências

1. Engenharia Civil. 2. Nanobastões de SiC. 3. Cimento
Portland. 4. Sonicação. 5. Ensaios de Resistência Mecânica.
I. Gleize, Philippe Jean Paul. II. Universidade Federal de
Santa Catarina. Programa de Pós-Graduação em Engenharia
Civil. III. Título.

Nágilla Huerb de Azevedo

INCORPORAÇÃO DE NANOASTÕES DE CARBETO DE SILÍCIO EM MATRIZES CIMENTÍCIAS

Esta Dissertação foi julgada adequada para obtenção do Título de “Mestre”, e aprovada em sua forma final pelo Programa de Pós Graduação em Engenharia Civil.

Florianópolis, 27 de Março de 2015.

Profº. Drº. Roberto Caldas de Andrade Pinto
Coordenador do Curso

Banca Examinadora:

Profº Drº Philippe Jean Paul Gleize
Orientador
Universidade Federal de Santa Catarina

Profº Drº Rafael Giuliano Pileggi
Universidade de São Paulo

Profª Drª Andrea Murillo Betioli
Instituto Federal de Santa Catarina

Profª Drª. Ing. Janaíde Cavalcante Rocha
Universidade Federal de Santa Catarina

Muitos são os sentimentos que conviveram conosco no decorrer desta trajetória. A sensação do desconhecido, novo ambiente, novas pessoas, a cidade, os hábitos, as roupas... O maior dos sentimentos é a saudade da família, da casa, do namorado e dos amigos. Mas para amenizar isso, Deus mandou anjos, amigos que foram e são minha família em uma cidade que tudo é novo, muitas vezes suas palavras ou simples abraços nos fortificaram a continuar na caminhada. O cotidiano de estudos e laboratório, que nunca é muito fácil, na verdade sempre bem cansativo, só nos faz ter a certeza que fizemos a escolha certa e é o que queremos pra vida. Pelo impulso, pela força e pela determinação em me ver vencer, dedico esse trabalho com muito amor, àqueles que me encorajaram todos os dias a continuar e estão ao meu lado, torcendo e vibrando em tudo o que eu faça, mesmo estando há milhares de quilômetros: meus pais

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus e nossa Senhora, que me deram força e equilíbrio nos momentos, que não foram poucos, em que mais precisei.

Aos meus pais Nilton e Nângila, por serem meu porto seguro, conselheiros e maiores incentivadores. Sinto-me grata por ser sua filha.

À minha irmã Nilcinara, que apesar de crescida, para sempre será minha caçula e minha melhor amiga, sempre me apoiando e incentivando. Ao meu namorado Chardson, por ter resistido ao tempo e à distância, permanecendo ao meu lado em todos os momentos.

Aos meus avós, tios e primos que sempre me recebem cheios de saudade e com grande orgulho.

Ao orientador Professor Philippe Gleize, pela oportunidade, orientação, paciência e tempo dedicado a este trabalho.

Aos professores do Programa de Pós Graduação de Engenharia Civil, sempre dispostos a repassarem conhecimento.

Ao técnico do laboratório Nilton, pela preciosa ajuda nos ensaios, e pelas palavras de estímulo no decorrer dos trabalhos que nem sempre eram tão fáceis.

À Marinea e a Priscila, por serem sempre solícitas e estarem dispostas a nos ajudar.

Ao amigo Vittorio Neto, pelo incentivo para que ingressasse no mestrado. Obrigada pela força, confiança, amizade e dedicação. Seu apoio foi um divisor de águas na minha vida.

Aos amigos, irmãos que fiz pra vida toda, Bianca, Carol, Fabiane, Flávia, Frederico, Maíra, Mauro, Mayara, Leiliane, Leonardo, Paula, Pojucan, Thaíse, Vagner, Vanessa, muito obrigada pela preciosa amizade iniciada no mestrado, pelas ajudas, ensinamentos, disponibilidade e boa vontade que me ajudaram a chegar até aqui.

Aos amigos de Manaus, mesmo distante fisicamente sempre que possível amenizavam a saudade com ligações e mensagens, e estiveram sempre presente na minha vida. À Dani, Edival, Evelyn, Jéssica e Lari, velhos e eternos amigos.

Aos professores Carla Calheiros, Valdete Santos e Rubelmar Azevedo, meus professores de graduação que sempre me incentivaram a dar prosseguimento à área acadêmica.

À empresa Grace Brasil Ltda, em especial o Engenheiro Denis Weidmann, que cedeu gentilmente o aditivo utilizado no trabalho.

Ao CNPq, CAPES E FAPESC, pelo apoio financeiro concedido.

Por fim, obrigada Florianópolis, cidade que me acolheu e onde pude conhecer um pouco da sua cultura e das belezas inigualáveis.

Minha eterna gratidão a todos.

“Combati o bom combate, terminei a corrida, guardei a fê.”
(2 Timóteo 4:7)

RESUMO

Desde a sua descoberta, os nanomateriais vêm despertando interesse no desenvolvimento tecnológico de várias áreas. As características peculiares do nanobastões de SiC os tornam materiais promissores para reforço de matrizes. A utilização dos nanobastões de SiC como reforço em matriz de cimento Portland ainda não é tão desenvolvido no meio acadêmico. Neste trabalho, confeccionou-se pastas de cimento Portland com diferentes percentuais de nanobastões de SiC em relação a massa de cimento, 0,25%, 0,50%, 1,00% e 1,50% e mais a pasta referencial, constituída apenas de água e cimento. Para garantir a mesma fluidez das pastas, utilizou-se superplastificante à base de policarboxilato de sódio e para dispersar os nanobastões de SiC foi utilizado o processo de sonicação. Por fim, realizou-se os ensaios de calorimetria, módulo de elasticidade, resistência à compressão, à flexão e o ensaio de índice de vazios das pastas. A calorimetria mostrou que os nanobastões de SiC são materiais que provavelmente promovem pontos de nucleação heterogênea, mas esse fato não pôde ser avaliado pois a hidratação das pastas sofreu influência do aditivo. Os resultados demonstraram que as pastas com adição de nanobastões não tinham diferença significativa no módulo de elasticidade, quando comparadas com a pasta referencial, tanto na idade de 7 quanto na de 28 dias. Na resistência à flexão para a idade de 7 dias obteve-se um aumento de 103% e aos 28 dias verificou-se um acréscimo de 33%. Já na resistência à compressão dos corpos cilíndricos ocorreram ganhos de até 32% aos 7 dias e 24% aos 28 dias. Na resistência à compressão dos corpos prismáticos esses ganhos ficaram em 16% na idade de 7 dias e 13% na de 28 dias. As pastas com adição de nanobastões apresentaram percentuais menores no ensaio de índice de vazios, em relação a referencial. Devido ao tamanho e à forma, os nanobastões de SiC comportam-se como pontes de transferência de tensões durante a aplicação de carga nos ensaios mecânicos, otimizando então os resultados dos mesmos, por isso podem ser uma boa alternativa para reforço de matrizes de cimento Portland.

Palavras-chave: Cimento Portland, Nanobastões de SiC, Aditivo, Sonicação, Ensaios de Resistência Mecânica.

ABSTRACT

Since its discovery, nanomaterials have attracted interest in technological development in various areas. The peculiar characteristics of SiC nanowhiskers make them promising materials for reinforcing matrices. The use of SiC nanowhiskers as reinforcement in Portland cement matrix is not yet as developed in academia. In this paper, it was prepared Portland cement pastes with different percentages of SiC nanowhiskers for cement weight, 0,25%, 0,50%, 1,00% and 1,50% and the reference cement paste, constituted only water and cement. To ensure the same flow of pastes, it was used a sodium polycarboxylate additive and to disperse SiC nanowhiskers, it was used sonication process.

Calorimetry, elastic modulus, compressive strength, flexural strength, and void index were measured. Calorimetry showed that the SiC nanowhiskers seems to promote heterogeneous nucleation, but this fact could not be evaluated because the cement hydration suffered the influence of additive. Results showed that nanowhiskers had no significant effect on elastic modulus compared with the reference paste, both at the age of 7 as 28 days. Flexural strength, increased 103% and 33% at 7 and 28 days old pastes respectively. The cylindrical compressive strength gains was 32% at 7 days and 24% at 28 days. For the prismatic compressive strength these gains were 16% at the age of 7 days and 13% in 28 days. Pastes with added SiC nanowhiskers showed lower percentage in void index. Due to the size and shape, the SiC nanowhiskers can act as stress transfer bridges during loading, in mechanical tests, so it may be a good alternative for strengthening Portland cement products.

Key words: Portland Cement, SiC Nanowhiskers, Additive, Sonication, Strength Tests.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Modelo simplificado representando a estrutura do C-S-H. ..	32
Figura 2 - Curva típica de mecanismo de hidratação do cimento Portland.	35
Figura 3 - Arranjos dos tetraedros de Si (verde) e de C (vermelho) no SiC.	43
Figura 4 - Esquema de produção dos corpos de prova.	60
Figura 5 - Ensaio de mini abatimento realizado em pasta.	61
Figura 6 - Frascos utilizados no ensaio de calorimetria.	62
Figura 7 - Representação esquemática da curva de calorimetria e os critérios para determinação das variáveis.	63
Figura 8 - Equipamento utilizado no ensaio de medida do módulo de elasticidade.	64
Figura 9 - Aparato utilizado no ensaio do módulo de elasticidade.	64
Figura 10 - Ensaio de resistência à flexão.	67
Figura 11 - Ensaio de resistência à compressão em corpos de prova cilíndricos.	68
Figura 12 - Ensaio de resistência à compressão axial em corpos de prova prismático.	69
Figura 13 A e B - Nanobastões de SiC antes da sonicação; C e D – Nanobastões de SiC após sonicação.	71
Figura 14 – Teor de superplastificante em função do teor de nanobastões necessário para manter um espalhamento de 77 ± 2 mm no ensaio de mini abatimento das pastas, sonicando e não sonicando o superplastificante.	74
Figura 15 - Curva de dosagem de aditivo x quantidade de nanobastões de SiC. para manter um espalhamento de 77 ± 2 mm no ensaio de mini abatimento das pastas.	75
Figura 16 - Fluxo de calor da pasta referência (azul) e das amostras com seus devidos percentuais de nanobastões de SiC.	76
Figura 17 - Período de indução das pastas de cimento Portland em função do teor de nanobastões de SiC.	77
Figura 18 - Coeficiente angular da reta que representa o período de aceleração da hidratação das pastas de cimento em função do teor de nanobastões de SiC.	78
Figura 19 - Curvas de calor total liberado na hidratação das pastas de cimento Portland em função do teor de nanobastões de SiC.	79
Figura 20 – Calor total liberado durante a hidratação das pastas de cimento Portland em função do teor de nanobastões de SiC.	79

Figura 21 - Médias do módulo de elasticidade dinâmico das pastas de cimento em função do teor de nanobastões de SiC aos 7 e 28 dias.	81
Figura 22 - Médias de resistência à flexão das pastas de cimento em função do teor de nanobastões de SiC aos 7 e 28 dias.	82
Figura 23 - Médias de resistência à compressão dos corpos de prova cilíndricos das pastas de cimento em função do teor de nanobastões de SiC aos 7 e 28 dias.	83
Figura 24 - Médias de resistência à compressão dos corpos de prova prismáticos das pastas de cimento em função do teor de nanobastões de SiC aos 7 e 28 dias.	84
Figura 25 - Percentual do índice de vazios dos corpos de prova das pastas de cimento em função do teor de nanobastões de SiC aos 7 dias.	86

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Componentes do cimento Portland descritos como compostos individuais dos óxidos e suas abreviações.	28
Tabela 2 - Propriedades das principais fases do clínquer de cimento Portland.	29
Tabela 3 - Compostos hidratados produzidos pelo cimento Portland anidro após entrar em contato com a água.	31
Tabela 4 - Alguns resultados da literatura que mostram o efeito da incorporação de NTC em algumas características mecânicas de materiais cimentícios.	39
Tabela 5 - Principais métodos de síntese de nanobastões de β - SiC....	46
Tabela 6 - Resultados obtidos com os ensaios do artigo.	47
Tabela 7 - Resultados obtidos com o ensaio proposto no artigo.	48
Tabela 8 - Resultados obtidos com os ensaios propostos no artigo.....	49
Tabela 9 - Resultados dos artigos utilizando nanobastões de SiC.....	49
Tabela 10 - Características químicas do cimento.	54
Tabela 11 - Características físicas do cimento.	54
Tabela 12 - Características mecânicas do cimento.	54
Tabela 13 - Características do superplastificante.	55
Tabela 14 - Características do nanobastões de β -SiC (99+%).	55
Tabela 15 - Composição das pastas de cimento.	58
Tabela 16 - Resultado do ensaio de mini abatimento das pastas confeccionadas sonicando o aditivo.	72
Tabela 17 - Resultado do ensaio de mini abatimento das pastas confeccionadas sem sonicar o aditivo.	73
Tabela 18 Resultados do ensaio de mini abatimento das pastas confeccionadas sem sonicar o aditivo.	75
Tabela 19 - Resultado do módulo de elasticidade das pastas na idade de 7 dias.	101
Tabela 20 - Análise de variância entre os resultados de módulo de elasticidade dos corpos de prova na idade de 7 dias.	101
Tabela 21 - Resultado do módulo de elasticidade das pastas na idade de 28 dias.	101
Tabela 22 - Análise de variância entre os resultados de módulo de elasticidade dos corpos de prova na idade de 28 dias.	102
Tabela 23 - Resultado da resistência à flexão das pastas na idade de 7 dias.	103
Tabela 24 - Análise de variância entre os resultados de resistência à flexão dos corpos de prova na idade de 7 dias.	103

Tabela 25 - Resultado da resistência à flexão das pastas na idade de 28 dias.	103
Tabela 26 - Análise de variância entre os resultados de resistência à flexão dos corpos de prova na idade de 28 dias.	104
Tabela 27 - Resultado da resistência à compressão dos corpos de prova cilíndricos na idade de 7 dias.	105
Tabela 28 - Análise de variância entre os resultados de resistência à compressão dos corpos de prova cilíndricos na idade de 7 dias.	105
Tabela 29 - Resultado da resistência à compressão dos corpos de prova cilíndricos na idade de 28 dias.	106
Tabela 30 - Análise de variância entre os resultados de resistência à compressão dos corpos de prova cilíndricos na idade de 28 dias.	106
Tabela 31 - Resultado da resistência à compressão de corpos de prova prismáticos na idade de 7 dias.....	107
Tabela 32 - Análise de variância entre os resultados de resistência à compressão dos corpos de prova prismáticos na idade de 7 dias.....	107
Tabela 33 - Resultado de resistência à compressão de corpos de prova prismáticos na idade de 28 dias.....	107
Tabela 34 - Análise de variância entre os resultados de resistência à compressão dos corpos de prova prismáticos na idade de 28 dias.....	108
Tabela 35 - Resultado da massa seca das amostras aos 7 dias.....	109
Tabela 36 - Resultado da massa saturada das amostras aos 7 dias.....	109
Tabela 37 - Resultado da massa submersa saturada das amostras aos 7 dias.	109

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ACI – American Concrete Institute
 α -SiC – Carbetto de silício de estrutura hexagonal
 β -SiC – Carbetto de silício de estrutura cúbica
C-S-H – Silicato de cálcio hidratado
CNCR – Reação de nanotubo de carbono confinado
CP – Corpo de prova
CVI – Infiltração por vapor químico
HFCVD – Deposição de vapor químico por filamento quente
NTC – Nanotubo de carbono
SiC – Carbetto de silício
Vf – Volume da fibra
VLS – Vapor-líquido-sólido
Vnw – Volume dos nanobastões

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	23
1.1	OBJETIVO GERAL.....	25
1.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	25
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	27
2.1	CIMENTO PORTLAND	28
2.1.1	<i>Cimento Portland hidratado e seus principais componentes.....</i>	<i>30</i>
2.1.2	<i>Processo de hidratação do Cimento Portland</i>	<i>34</i>
2.1.3	<i>Pasta de cimento Portland</i>	<i>35</i>
2.2	INCORPORAÇÃO DE FIBRAS À MATRIZ CIMENTÍCIA... 36	
2.2.1	<i>Inserção de nanotubos de carbono à matriz cimentícia.....</i>	<i>37</i>
2.2.2	<i>Métodos de dispersão de nanotubo de carbono</i>	<i>40</i>
2.3	CARBETO DE SILÍCIO (SIC)	42
2.3.1	<i>Materiais de carbetos de silício.....</i>	<i>43</i>
2.3.2	<i>Nanomateriais de carbetos de silício.....</i>	<i>44</i>
2.4	SÍNTESE DA BIBLIOGRAFIA	50
3	PROGRAMA EXPERIMENTAL	53
3.1	CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS E EQUIPAMENTOS	53
3.1.1	<i>Cimento</i>	<i>53</i>
3.1.2	<i>Aditivo superplastificante.....</i>	<i>54</i>
3.1.3	<i>Nanobastões de β-SiC</i>	<i>55</i>
3.1.4	<i>Água</i>	<i>56</i>
3.1.5	<i>Sonicador</i>	<i>56</i>
3.1.6	<i>Agitador mecânico</i>	<i>56</i>
3.1.7	<i>Mini tronco.....</i>	<i>56</i>
3.1.8	<i>Fôrmas</i>	<i>56</i>
3.2	DISPERSÃO DOS NANOBASTÕES DE SIC	57
3.3	MOLDAGEM DOS CORPOS DE PROVA DE PASTA DE CIMENTO	58
3.4	ENSAIO DE KANTRO OU MINI ABATIMENTO	61
3.5	ENSAIO DE CALORIMETRIA POR CONDUÇÃO.....	62
3.6	ENSAIO DE MÓDULO DE ELASTICIDADE	63
3.7	ENSAIO DE RESISTÊNCIA À FLEXÃO	65
3.8	ENSAIO DE RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO CILÍNDRICA .	67
3.9	ENSAIO DE RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO PRISMÁTICA	68
3.10	ENSAIO DE ÍNDICE DE VAZIOS	70
4	APRESENTAÇÃO E ANÁLISE DOS RESULTADOS.....	71

4.1	MÉTODO DE DISPERSÃO DOS NANOBASTÕES DE SIC ...	71
4.2	ENSAIO DE KANTRO OU MINI ABATIMENTO	72
4.3	ENSAIO DE CALORIMETRIA POR CONDUÇÃO	76
4.4	ENSAIO DE MÓDULO DE ELASTICIDADE DINÂMICO	80
4.5	ENSAIO DE RESISTÊNCIA À FLEXÃO	81
4.6	ENSAIO DE RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO DOS CORPOS DE PROVA CILINDRICOS E PRISMÁTICOS	83
4.6.1	<i>Efeito do tamanho e forma do corpo de prova na resistência à compressão das pastas.....</i>	<i>85</i>
4.7	ENSAIO DE ÍNDICE DE VAZIOS.....	85
5	CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	87
5.1	RECOMENDAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	88
	REFERÊNCIAS.....	89
	APÊNDICE	99
	APÊNDICE I – RESULTADOS DO MÓDULO DE ELASTICIDADE DAS PASTAS E ANÁLISE DE VARIÂNCIA	101
	APÊNDICE II – RESULTADOS DA RESISTÊNCIA À FLEXÃO DAS PASTAS E ANÁLISE DE VARIÂNCIA	103
	APÊNDICE III – RESULTADOS DE RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO DOS CORPOS DE PROVA CILINDRICOS	105
	APÊNDICE IV – RESULTADOS DE RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO DOS CORPOS DE PROVA PRISMÁTICOS	107
	APÊNDICE V – RESULTADOS DE ÍNDICE DE VAZIOS.....	109

1 INTRODUÇÃO

A nanotecnologia é a criação e utilização de materiais, dispositivos e sistemas através do controle da matéria na escala nanométrica, entre 0,1 e 100 nm. O controle da matéria nessa escala já desempenhou um papel importante nas disciplinas científicas tão diversas como a física, química, ciência dos materiais, biologia, medicina, engenharia e simulação computacional (TAYLOR, 2002; BAI, 2003).

De acordo com Taylor (2002), nanotecnologia é um termo coletivo usado para um conjunto de tecnologias, técnicas e processos eficazes, como uma nova forma de pensar, ao invés de uma área específica da ciência ou engenharia. Com isso, é considerada a tecnologia do futuro, chamada ainda de “tecnologia extrema” porque atinge o limite teórico de precisão que é do tamanho de uma molécula ou átomo (MAMALIS; VOGTLANDER; MARKOPOULOS, 2004).

A motivação em nanociência é tentar entender como os materiais se comportam quando se encontram em dimensões atômicas (COHEN, 2001).

A tecnologia de nanopartículas abrange a síntese, o processo, caracterização e aplicação das mesmas, atraindo grande atenção por conta de sua variedade e de sua potencial aplicação prática (RAKI, *et al.*, 2010).

Ainda de acordo com a ASTM E2456 – 06 (2012), um material é considerado nanométrico se possui uma ou mais dimensões aproximadamente na escala de 1 – 100 nm.

De acordo com Zhu *et. al.* (2004) duas maneiras são utilizadas para obter nanomateriais:

Top down: o caminho de cima para baixo, ou seja, parte-se de um bloco sólido para se obter a nanoestrutura, do “macro para o nano”. Exemplo disso é a moagem, um método que proporciona a obtenção de nanopartículas.

Bottom up: o caminho de baixo para cima, consiste em utilizar subunidades pequenas (átomos ou moléculas) para fabricar uma estrutura maior.

O domínio da nano e microestrutura dos materiais possibilita a oportunidade de criação de novos materiais e sistemas com diferentes propriedades das usuais (GLEIZE, 2011).

Nos últimos anos a nanotecnologia tem se desenvolvido muito na área da construção civil, tanto que já é vista como um novo campo maduro o suficiente para revolucionar a construção e os materiais nela utilizados (OHAMA, 1997; KONSTA-GDOUTOS; SHAH, 2013). Podendo ser definida como a ciência que controla as propriedades à escala

nanométrica e que pode fazer alterações revolucionárias nas características dos materiais a granel (SINGH, *et al.*, 2013) materiais esses, componentes de argamassa de cimento e concreto (SHEKARI; RAZZAGHI, 2011).

Uma das propriedades mais desejadas dos nanomateriais no setor da construção é a sua capacidade em conferir um reforço mecânico para estruturas cimentícias (MORSY; ALSAYED; AQEL, 2011), além de melhorar a coesão, reduzir a fluência e a fissuração nas primeiras idades, aumentar o ganho de resistência e da durabilidade desses produtos (GLEIZE, 2011).

Pesquisas em nanoescala podem fornecer mais informações sobre a natureza das fases do cimento e sua interação com adições de nanopartículas e nanofibras, oferecendo a possibilidade de modificar reações do cimento, criando novos produtos e modificando outros, permitindo assim uma fabricação mais resistente, duradoura e ecológica do mesmo (RAKI, *et al.*, 2010).

Um dos nanomateriais atualmente mais pesquisados e difundidos quanto a inserção em matrizes cimentícias é o nanotubo de carbono, que desde sua descoberta em 1991 por Iijima, vem ganhando grande importância científica, focando nas propriedades físicas e químicas dos mesmos (AZOUBEL; MAGDASSI, 2010).

Outros nanomateriais também vêm sendo utilizados como materiais de reforço de diversas matrizes, dentre eles estão os nanobastões de carbetto de silício, que apesar de não possuírem muitos estudos referentes a sua inserção em matrizes cimentícias são nanomateriais interessantes devido às suas versáteis propriedades, por serem quimicamente inerte, possuírem elevada dureza e também alta estabilidade térmica (CAMBAZ, *et al.*, 2006; QIANG, *et al.*, 2013).

Porém, apesar das expectativas de melhoria dos materiais cimentícios com a inserção de nanomateriais, ainda há alguns desafios a serem superados, como a técnica a ser utilizada para sua incorporação nas matrizes em estudo e também em relação aos custos dos mesmos, pois só vencendo isso poderá torná-los produtos aplicáveis comercialmente (GLEIZE, 2011).

Atualmente o custo dos nanotubos de carbono e os nanobastões de SiC, ainda é elevado, cerca de \$1600 o Kg (NANOSTRUCTURED & AMORPHOUS MATERIALS, Inc., s.d.).

Nesta pesquisa serão utilizados nanobastões de β SiC em matrizes de cimento Portland. Até então não existem trabalhos publicados no tema, por isso algumas referências bibliográficas serão feitas aos nanotubos de

carbono, que são as nanofibras mais pesquisadas como nanomateriais de reforços para matrizes cimentícias.

1.1 OBJETIVO GERAL

O objetivo geral desta Dissertação de Mestrado é avaliar os efeitos nas propriedades mecânicas das pastas de cimento Portland que tiveram nanobastões de carbeto de silício inseridos.

1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Para atingir o objetivo geral, estipularam-se os seguintes objetivos específicos:

- Otimizar o teor de aditivo visando manter a consistência das pastas constantes;
- Avaliar o efeito da incorporação dos nanobastões de SiC e do aditivo superplastificante com base química de policarboxilato de sódio na hidratação do cimento, resistência à compressão, resistência à flexão, módulo de elasticidade e índice de vazios por absorção de água em pastas de cimento Portland.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

O cimento Portland por ser composto por materiais que se encontram em abundância na natureza acaba sendo um produto relativamente barato e bastante utilizado na construção civil devido às suas características particulares, boa resistência à carga e ao fogo, trabalhabilidade, moldabilidade e alta durabilidade.

Algumas propriedades do cimento Portland como processamento na temperatura ambiente, baixa retração, resistência a temperaturas de até 600°C, grau de compatibilidade com certo número de tipos de fibras, capacidade de reação com nanomateriais e sua característica em não ser tóxico, permitem que ele possa ser usado para confeccionar novos produtos (BALAGURU; CHONG, 2006).

Pesquisas mostram que as fissuras em nanoescala em materiais cimentícios podem ser controladas por meio da incorporação de fibras (METAXA; KONSTA-GDOUTOS; SHAH, 2013). Por isso, a fim de melhorar as propriedades do cimento, é necessário entender a estrutura em nanoescala do mesmo e relacioná-la com suas propriedades mecânicas (MONDAL; SHAH; MARKS, 2007).

O desempenho da pasta depende basicamente das características do cimento, sendo a porosidade capilar a mais importante, junto da otimização de sua composição granulométrica (VALORI, 2009).

Os conceitos da nanotecnologia atuam então como uma forma de melhorar as propriedades de materiais convencionais, maximizando diretamente seus recursos. E, como uma forma de minimizar as emissões direta e indiretamente, por exemplo, do CO₂ (dióxido de carbono) na produção do cimento, usando materiais melhorados na escala nano permitindo então uma utilização mais eficiente de seus recursos (MANN, 2006).

Um dos nanomateriais mais utilizados atualmente como reforço em matriz cimentícia é o nanotubo de carbono, muitas pesquisas já foram divulgadas sobre os incríveis resultados de incrementação das características mecânicas que os mesmos proporcionam à matriz em que são inseridos.

Em paralelo a esse nanomaterial, outros também estão sendo estudados quanto a sua capacidade em conferir reforço à matriz em que são adicionados, dentre eles estão os nanobastões de SiC que tem despertado grandes interesses de pesquisadores devido às suas características peculiares.

Para Meng *et al.* (2010), um dos grandes desafios na utilização dos nanobastões de SiC é conseguir dispersar de forma uniforme esse

material, que costuma mostrar-se emaranhado. Além disso os nanobastões, assim como outros na escala nano, são materiais de alto valor monetário, sendo ainda pouco viável economicamente.

Portanto, para que se torne um material viável tanto técnica quanto economicamente, alguns pontos ainda devem ser superados. Neste trabalho pretende-se observar e analisar quais as consequências da inserção de nanobastões de SiC em produtos de cimento Portland, nesse caso trabalhando com pastas, procurando determinar as características imprescindíveis para a interação e distribuição homogênea na matriz cimentícia, e com isso vir a incrementar as características mecânicas desses produtos.

2.1 CIMENTO PORTLAND

Desde a invenção do cimento Portland no século XIX, materiais à base do mesmo como argamassas, concretos e compósitos reforçados com fibras tornaram-se os mais utilizados na construção civil (ZYGANITIDIS, *et al.*, 2011) e isso se dá devido a suas propriedades de moldabilidade, hidraulicidade, elevadas resistências a esforços e por ser obtido através de matérias primas abundantes e de fácil acesso na natureza (ACI, 2001).

Os componentes do cimento Portland expressos na forma de óxidos e suas abreviações podem ser observados na Tabela 1.

Tabela 1 - Componentes do cimento Portland descritos como compostos individuais dos óxidos e suas abreviações.

Óxidos	Abreviação	Compostos	Abreviação
CaO	C	3CaO.SiO ₂	C ₃ S
SiO ₂	S	2CaO.SiO ₂	C ₂ S
Al ₂ O ₃	A	3CaO.Al ₂ O ₃	C ₃ A
Fe ₂ O ₃	F	4CaO.Al ₂ O ₃ .Fe ₂ O ₃	C ₄ AF
MgO	M	4CaO.3Al ₂ O ₃ .SO ₃	C ₄ A ₃ \bar{S}
SO ₃	\bar{S}	3CaO.SiO ₂ .3H ₂ O	C ₃ S ₂ H ₃

Fonte: Mehta; Monteiro (1994).

O clínquer pode ser definido como um material resultante da sinterização de rochas carbonáticas e argilosas. Esses materiais após serem moídos, dosados e homogeneizados são submetidos a tratamento térmico em um forno rotativo, a uma temperatura de aproximadamente 1450°C, onde ocorrem fusões parciais e após o resfriamento obtém-se nódulos de clínquer (TAYLOR, 1990).

O clínquer de cimento Portland é composto por quatro fases principais, o C_3S (silicato tricálcico), C_2S (silicato dicálcico), C_3A (aluminato tricálcico ou fase aluminato) e C_4AF (ferro aluminato tetracálcico ou fase ferrita) (TAYLOR, 1990), assim como segue na Tabela 2. Os silicatos C_3S e C_2S , em clínquer referem-se a alita e belita, correspondem 65 a 85% da composição do cimento e apresentam forte influência na resistência mecânica da pasta. Adiciona-se ainda a gipsita ($CaSO_4 \cdot 2H_2O$), com o objetivo de controlar a hidratação instantânea dos aluminatos.

As propriedades das quatro fases principais do clínquer, o silicato tricálcico, silicato dicálcico, aluminato tricálcico e ferro aluminato tetracálcico, citadas anteriormente podem ser verificadas na Tabela 2, a seguir.

Tabela 2 - Propriedades das principais fases do clínquer de cimento Portland.

Componente	Nome	Propriedades
C_3S	Silicato Tricálcico	1. Forma de pequenos grãos equidimensionais e incolores. 2. Principal responsável pela resistência a curto prazo, principalmente ao fim do primeiro mês de cura. 3. Segundo componente mais importante na produção do calor de hidratação. 4. Segundo componente responsável pelo tempo de pega. 5. Sua forma impura é também conhecida como Alita. 6. Sua velocidade de hidratação é controlada pela velocidade de difusão dos íons por camadas sobrejacentes do produto hidratado.

Tabela 2 (Continuação) – Propriedades das principais fases do clínquer de cimento Portland.

Componente	Nome	Propriedades
C ₂ S	Silicato Dicálcico	1. Apresenta-se sob 3 formas diferentes: - Em temperaturas elevadas α -C ₂ S - Em temperaturas por volta de 1450°C β -C ₂ S - Em temperaturas por volta de 670°C γ *Mas é a forma β -C ₂ S que está presente nos cimentos comerciais e sua forma predominante é a de grãos arredondados. 2. Principal responsável pela resistência a longo prazo, principalmente ao fim de um ano ou mais. 3. Sua forma impura é também conhecida como Belita. 4. Sua hidratação é controlada pela sua baixa velocidade intrínseca de reação com a água. 5. O produto final da hidratação do C ₂ S tem uma relação óxido de cálcio / sílica de 1,65.
C ₃ A	Aluminato Tricálcico	1. Forma partículas cristalinas retangulares. 2. Principal componente na produção do calor de hidratação. 3. Principal componente pela rapidez da pega, quando presente na forma cristalina. 4. Sua forma predominante é a de placas achatadas. 5. Atua como fundente na fabricação do clínquer de cimento Portland.
C ₄ AF	Ferro Aluminato Tetracálcico	1. Apresenta-se sob a forma de solução sólida. 2. Atua como fundente na fabricação do clínquer de cimento Portland.

Fonte: Costa (2004).

2.1.1 Cimento Portland hidratado e seus principais componentes

O cimento Portland quando misturado com água sofre um conjunto de reações para formar produtos de hidratação (MONDAL, 2008). A reação química entre o cimento e água conhecido como hidratação é altamente exotérmica (STEFAN, *et al.*, 2010).

O teor de água influencia as propriedades do produto final, como a porosidade, permeabilidade e resistência à compressão. Para atingir um bom resultado, a relação água / cimento deve ser baixa (QUERCIA, *et al.*, 2013).

Na presença de água, os silicatos e os aluminatos formam produtos de hidratação que no decorrer do tempo resultam na pasta de cimento endurecida, uma massa firme e resistente (NEVILLE, 1997).

Ao misturar o cimento com água, a gipsita e os compostos de cálcio que se formam a elevadas temperaturas tendem a entrar em solução, e a fase líquida torna-se rapidamente saturada em várias espécies iônicas (MEHTA; MONTEIRO, 1994).

Com o tempo estes produtos de hidratação na pasta de cimento constituem uma estrutura rígida de natureza heterogênea. As principais fases presentes na pasta de cimento hidratado são o silicato de cálcio hidratado (C-S-H), hidróxido de cálcio ($\text{Ca}(\text{OH})_2$), os sulfoaluminatos de cálcio hidratado (etringita e monossulfato), aluminatos hidratados e ainda, partículas de cimento não hidratadas e vazios de ar (MONDAL, 2008). Geralmente, a hidratação dos aluminatos está relacionada ao enrijecimento da pasta de cimento enquanto que a dos silicatos é responsável pela resistência mecânica.

A família de compostos hidratados produzidos pelo cimento Portland anidro após entrar em contato com a água resultante de cada fase do mesmo é mostrada na Tabela 3.

Tabela 3 - Compostos hidratados produzidos pelo cimento Portland anidro após entrar em contato com a água.

Fases anidras	Fases hidratadas
C_3S	C-S-H + CH
C_2S	C-S-H + CH
C_3A	$\text{C}_2\text{AH}_8 + \text{C}_4\text{AH}_{13} + \text{C}_3\text{AH}_{13}$
$\text{C}_3\text{A} + \text{gipsita}$	$\text{C}_3\text{A} \cdot 3\text{CS} \cdot \text{H}_{32} + \text{C}_3\text{A} \cdot \text{CS} \cdot \text{H}_{12} + \text{C}_4\text{AH}_{13}$
C_4AF	$\text{C}_2(\text{A},\text{F})\text{H}_8 + \text{C}_4(\text{A},\text{F})\text{H}_{13} + \text{C}_3(\text{A},\text{F})\text{H}_6$
$\text{C}_4\text{AF} + \text{gipsita}$	$\text{C}_3(\text{A},\text{F}) \cdot 3\text{CS} \cdot \text{H}_{32} + \text{C}_3(\text{A},\text{F}) \cdot \text{C} \cdot \text{S} \cdot \text{H}_{12} + \text{C}_4(\text{A},\text{F})\text{H}_{13}$

Fonte: Batiston, 2007.

2.1.1.1 Silicato de cálcio hidratado (C-S-H)

Ao entrar em contato com a água, o C_3S inicia sua hidratação em poucas horas, sendo considerado assim, o principal responsável pela resistência mecânica nas primeiras idades da hidratação. Já a hidratação do C_2S ocorre lentamente, contribuindo muito pouco para a resistência mecânica nas primeiras idades. A hidratação desses compostos produz o silicato de cálcio hidratado, o C-S-H (TAYLOR, 1990). Os hífen em C-S-H indicam estequiometria indefinida (RAKI, *et al.*, 2010).

O silicato de cálcio hidratado (C-S-H) é o principal produto da hidratação do cimento Portland, e é um material amorfo (CONSTANTINIDES; ULM, 2007). Ele é o responsável pelas propriedades mecânicas e físicas da pasta de cimento, incluindo a

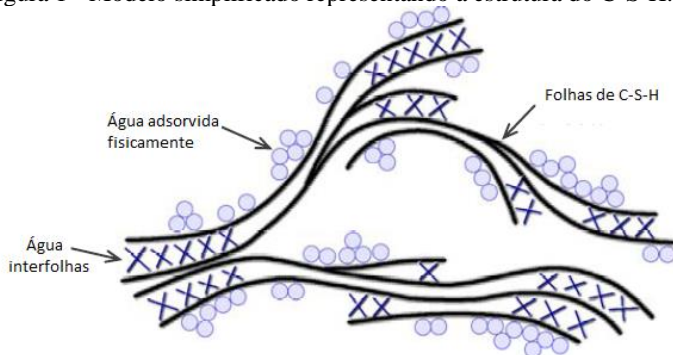
retração, a deformação, a porosidade, permeabilidade e elasticidade (MANN, 2006), e representa cerca de 50 a 60% de volume de sólidos na pasta (MEHTA; MONTEIRO, 1994).

O C-S-H é produzido juntamente com o hidróxido de cálcio na reação química das fases de silicato com água. A razão molar de CaO para SiO₂ (C/S) em C-S-H é um dos parâmetros principais para definir e controlar as propriedades de um sistema de silicato hidratado de cálcio (RAKI, *et al.*, 2010).

Um dos primeiros modelos físicos propostos descrevia o C-S-H como um material coloidal, onde as partículas de gel eram mantidas unidas principalmente por forças de van de Waals e o espaço entre elas era chamado de “porosidade do gel”, acessível apenas por moléculas de água (RAKI, *et al.*, 2010).

Um modelo mais abrangente foi desenvolvido por Feldman e Sereda baseado em estudos experimentais extensos. O papel da água neste modelo é explicado com maiores detalhes e as alterações nas propriedades mecânicas do C-S-H relacionado com o teor da água pode ser facilmente descrito. A principal característica desse modelo está na natureza em camadas de C-S-H em que a água está presente interlaminarmente (FELDMAN; SEREDA, 1970). A Figura 1 mostra o modelo simplificado do C-S-H segundo Feldman e Sereda.

Figura 1 - Modelo simplificado representando a estrutura do C-S-H.



Fonte: Feldman; Sereda (1970).

2.1.1.2 Hidróxido de cálcio (Ca(OH)_2)

Representa de 20 a 25% do volume dos sólidos da pasta hidratada, seu formato é prismático e sua estrutura cristalina é hexagonal (MEHTA; MONTEIRO, 1994).

De acordo com Taylor (1990), o hidróxido de cálcio é constituído pela presença de cal livre e pelas reações de hidratação dos silicatos (C_3S e C_2S). Por ser solúvel em água, o Ca(OH)_2 pode elevar a permeabilidade da pasta, reduzindo a durabilidade em meios que está em contato constante com a água.

Materiais que contém sílica amorfa reagem com o Ca(OH)_2 e produz o C-S-H adicional, ocasionando uma redução progressiva na concentração de Ca(OH)_2 na pasta, esse procedimento é responsável pela densificação da mesma, diminuindo sua porosidade e aumentando sua resistência mecânica (SHA; PEREIRA, 2001).

2.1.1.3 Sulfoaluminatos de cálcio hidratado (etringita e monossulfato)

De acordo com Mehta; Monteiro (1994) os sulfoaluminatos de cálcio ocupam de 15 a 20% do volume de sólidos na pasta endurecida, eles desempenham o menor papel nas relações estrutura-propriedades, mas são responsáveis pela ocorrência da pega e desenvolvimento da resistência inicial, sendo resultado da hidratação do C_3A na presença da gipsita.

A etringita possui uma estrutura cristalina trigonal e sua formação pode causar danos devido à expansão. Esses danos não ocorrem nos compósitos nas primeiras idades, porém, se a hidratação continuar na pasta já endurecida, isso gera tensões internas e provoca fissuras, e como consequência, a deterioração do concreto (TAYLOR, 1990).

Durante os primeiros estágios da hidratação do cimento, a relação iônica sulfato/alumina auxilia na formação de trissulfoaluminato de cálcio hidratado, conhecido como etringita, em forma de cristais prismáticos aciculares. Quando a concentração de sulfatos na mistura reduz, sendo resultado da cristalização dos sulfoaluminatos de cálcio hidratado, a etringita torna-se instável e é progressivamente convertida em monossulfo aluminato de cálcio hidratado, que possui estrutura planar e cuja presença torna o concreto vulnerável ao ataque por sulfatos (MEHTA; MONTEIRO, 1994).

2.1.2 Processo de hidratação do Cimento Portland

A hidratação do cimento Portland é um processo químico que envolve várias reações simultâneas e que leva à formação de hidratos a partir do cimento anidro em pó e água (DJOUANI, *et al.*, 2011).

As reações químicas de hidratação e seus produtos desempenham um papel importante na formação da microestrutura das propriedades finais do material cimentício endurecido (PACEWSKA; WILINSKA, 2013).

Esse evento envolve reações químicas complexas que superam a simples conversão de espécies químicas anidras em hidratos correspondentes (TAYLOR, 1997).

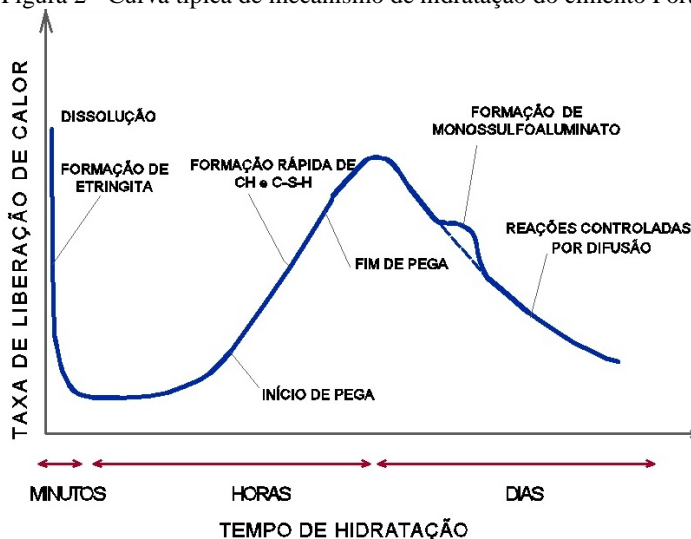
O mecanismo de hidratação do cimento pode ser dividido em cinco etapas:

- Estágio inicial ou período de pré indução;
- Período de indução;
- Período de aceleração;
- Período de desaceleração;
- Estágio final.

A curva de hidratação do cimento Portland pode ser observada na Figura 2 onde mostra-se a evolução da taxa de liberação de calor pelo tempo de hidratação.

Primeiramente existe um pico de calor proveniente da dissolução dos compostos anidros e da formação de etringita, período de pré indução; a seguir tem-se o período de indução, onde há a redução da velocidade de reação liberando pouco calor. Após isso, inicia-se um novo pico resultante da rápida formação de gel de C-S-H (silicato de cálcio hidratado) e CH (hidróxido de cálcio), a formação de C-S-H e o intertravamento das partículas promovem a pega. A taxa de liberação de calor continua aumentando até que ocorre a redução da mesma, por volta de 30 ou 40 horas depois do início do processo de hidratação. Nessa fase há a formação do monossulfoaluminato resultante da concentração de aluminatos, tornando a etringita instável, e apresentando um pequeno pico de liberação de calor, e essa reação ocorre apenas se houver aluminato disponível na mistura para que possa reagir com a etringita. E por último, a taxa de liberação de calor reduz e a velocidade das reações torna-se lenta ocorrendo a densificação do material cimentício (GARTNER, *et al.*, 1983).

Figura 2 - Curva típica de mecanismo de hidratação do cimento Portland.



Fonte: Gartner, *et al.*, 1983.

2.1.3 Pasta de cimento Portland

A pasta de cimento Portland é um material poroso com uma complexa microestrutura, composta de uma fase amorfa (gel de C-S-H), cristaltos micrometros de outros compostos e água (YANG; KELLER; MAGYARI, 2002). Em um aspecto generalista podem ser identificadas as três fases a seguir: os grãos de cimento anidros, os hidratos e os poros nanométricos individuais e capilares, tidos como defeitos estruturais. (LI, *et al.*, 2004; STEFAN, *et al.*, 2010).

A pasta define e endurece conforme a hidratação progride. Nas relações água-cimento (a/c), chamada também de relação água-sólido (a/s), entre cerca de 0,3 e 0,6 a suspensão apresenta uma consistência pastosa conhecida como “pasta de cimento fresco” passando para “pasta de cimento endurecido”. Essa proporção está diretamente ligada com o processo de hidratação, afeta a reologia da suspensão produzida e também as propriedades do material hidratado (ODLER, 2003).

O desempenho da pasta depende basicamente das características do cimento, sendo a porosidade a mais importante, pois é o principal parâmetro que determina a força e influencia as propriedades de transporte e de permeabilidade, além disso, é também a que determina a

durabilidade dos materiais cimentícios. A principal razão da forte influência nas propriedades mecânicas dos seus produtos é porque o ar (ou água) nos poros, não contribuem para a resistência (DIAMOND, 1999; VALORI, 2009).

De acordo com Aitcin (2000), para que se reduza a porosidade da pasta de cimento hidratado é necessário diminuir o quanto for possível a relação água/cimento e a quantidade de ar incorporado. E isso tem que ser conseguido enquanto a pasta fresca permanece fluida o bastante para atribuir à mistura a trabalhabilidade necessária ao transporte e aplicação.

Em relação as propriedades mecânicas, embora materiais de cimento como pastas, argamassas e concretos, apresentem resistência à compressão relativamente elevada, à flexão eles exibem baixas resistências (WANG; HAN; LIU, 2013) e à tração possui também capacidade de deformação limitada (METAXA; KONSTA-GDOUTOS; SHAH, 2013).

Para que se consigam produtos cimentícios mais duradouros e resistentes, pesquisas mostram que as fissuras nesses materiais podem ser controladas por meio da incorporação de fibras (METAXA; KONSTA-GDOUTOS; SHAH, 2013).

2.2 INCORPORAÇÃO DE FIBRAS À MATRIZ CIMENTÍCIA

O material à base de cimento Portland reforçado com fibras é um dos compósitos com matriz cerâmica mais utilizados, a matriz destes compósitos é formada por agregados ligados pela pasta de cimento Portland hidratada.

As fibras são utilizadas como reforço para melhorar a natureza frágil dos compósitos de cimento. Elas se comportam como “pontes de transferência de tensões” durante a aplicação de cargas nesses materiais, impedindo a expansão das microfissuras (KUDER, *et al.*, 2007).

De acordo com Mehta e Monteiro (1994), materiais reforçados com fibras são compostos basicamente por duas fases: matriz, material que recebe as fibras e costuma ter um volume bem maior e as fibras, que se apresentam embebidas na matriz e tem por principal objetivo o reforço mecânico.

De acordo com Bastos (1999), as fibras têm o papel de inibir o início e a propagação das fissuras e no estado pós-fissuração inicial elas exercem a função de “costurar” e impossibilitar a progressão das microfissuras, evitando o aumento das mesmas.

As fibras nos compósitos cimentícios formam a “zona de transição”. Nas proximidades da fibra, a matriz acaba sendo mais porosa

que em outros lugares, por conta disso a zona de transição é o local mais fraco da matriz, onde ocorrem com mais frequência a propagação de fissuras ao longo da interface (BASTOS, 1999).

Por isso, a fim de melhorar as propriedades do cimento é necessário entender a sua estrutura em nanoescala e relacioná-la com suas propriedades mecânicas (MONDAL; SHAH; MARKS, 2007).

2.2.1 Inserção de nanotubos de carbono à matriz cimentícia

Muitas pesquisas inserindo nanomateriais em produtos cimentícios estão sendo desenvolvidas, e elas vêm muitas vezes comprovando um bom desempenho desses compósitos, por conta do tamanho reduzido das nanofibras e consequentemente sua contribuição na transferência de tensões que ocorrem no interior da matriz, ocasionando a melhoria nas diversas propriedades desses materiais.

Um dos nanomateriais mais estudados quanto sua inserção na matriz cimentícia tem sido os nanotubos de carbono, que através de estudos bastante difundidos já é possível constatar sua interação com a matriz e consequentemente o incremento de suas propriedades mecânicas.

Desde sua descoberta em 1991 por Iijima, os nanotubos de carbono (NTC) têm sido foco de grandes investigações. Estudiosos relatam as notáveis propriedades físicas e mecânicas dessa nova forma de carbono, além de exclusivas propriedades eletrônicas e também sua alta condutividade térmica (AZOUBEL; MAGDASSI, 2010).

Adiciona-se ainda às suas características específicas, a rigidez, a força e a resistência superior a qualquer material atualmente conhecido. E através da combinação de suas propriedades mecânicas excepcionais e sua baixa densidade, os NTC oferecem grandes oportunidades de desenvolvimento de compósitos e novos materiais (THOSTENSON; REN; CHOU, 2001).

Devido à disponibilidade no mercado e também a sua relativa facilidade de inserção nas matrizes, os nanotubos de carbono se mostram como nanofibras bastante promissoras para uso junto a materiais cimentícios (GLEIZE, 2011). Por conta disso, os compósitos contendo esse nanomaterial tem atraído grandes interesses com a perspectiva de proporcionar excelentes propriedades mecânicas e características multifuncionais, em relação à matriz pura.

A Tabela 4 a seguir, apresenta os efeitos da incorporação de NTC em matrizes cimentícias, e aponta que a adição de baixos teores desse material pode incrementar suas propriedades mecânicas. Um exemplo citado pelo autor é Cwirzen *et al.* (2008) que utilizando o teor de até 0,5%

de NTC em pastas de cimento obteve um ganho de cerca de 50% de resistência à compressão. E no caso de ganho na resistência à flexão, a Tabela cita Konsta-gdoutos; Metax; Shah (2010), que apontou um aumento de 25% dessa propriedade para um teor de NTC de até 0,08%.

Tabela 4 - Alguns resultados da literatura que mostram o efeito da incorporação de NTC em algumas características mecânicas de materiais cimentícios.

Autores	Teor de NTC (%)	Material Cimentício Relação a/c	Tratamento	Resistência à compressão	Resistência à flexão	Obs.
Li; Wang; Zhao (2005)	0,5	Argamassa a/c = 0,45	Ácidos nítrico e sulfúrico	+19% (53 – 63) MPa	+25% (7 – 8) MPa	Deformação na ruptura aumentou de 17%
Batiston (2007)	Até 0,5	Argamassa a/c = 0,45	Ácidos nítrico e sulfúrico	+22% (14 -17) MPa	+5% (3,9 – 4,1) MPa	
Cwirzen <i>et al.</i> (2008)	Até 0,5	Pasta a/c = 0,25 a 0,4	Ácido poliacrílico e goma arábica	+50% (40 – 60) MPa	+10% (2,3 – 2,55) MPa	
Sanchez; Zhang; Ince (2009)	0,5	Pasta a/c = 0,33	Ácido nítrico	0%	0% (tração)	Deformação mais dúctil com NTC
Musso <i>et al.</i> (2009)	0,5	Argamassa a/c = 0,4	Sem tratamento; Recozido; Com grupos carboxilas	+10%; (104 – 115) +17%; (104 – 122) -85% (104 – 15) MPa	+34%; (7,5 – 10,1) +9%; (7,5 – 8,2) -60% (7,5 – 2,9) MPa	
Melo (2009)	Até 0,8	Argamassa a/c = 0,48	Ácidos nítrico e sulfúrico	+22% (31 – 37) MPa	+35% (2,4 – 3,3) MPa	Melhores resultados com 0,3% de NTC
Konstadoutos; Metaxa; Shah (2010)	Até 0,08	Pasta a/c = 0,5	Sonicação + Surfactante	-	+25% (5,5 – 6,8) MPa	Aumento do módulo de Young
Batiston (2012)	Até 0,1	Pasta a/c = 0,3	Sem tratamento, Ácidos nítrico e sulfúrico, Peróxido de hidrogênio	0%; -5%; (110 – 105) -10% (110 – 100) MPa	-18%; (11 – 9) -10%; (11 – 10) 0% MPa	O fator de forma dos NTC não influi
Sobolkina <i>et al.</i> (2012)	Até 0,25	Pasta a/c = 0,5	Sonicação + surfactantes aniônicos e não aniônicos	0%	0%	
Wang; Han; Liu (2013)	Até 0,15	Pasta a/c = 0,35	Sonicação + Surfactante	-	+57,5%; (1,74–2,74) MPa	Melhores resultados com 0,08% de NTC
Hu <i>et al.</i> (2014)	Até 0,1	Pasta a/c = 0,2	Sonicação + Surfactante	+ 5% (96 – 101,1) MPa	-	Melhores resultados com 0,05% de NTC

Fonte: Adaptado de Gleize (2011).

Esses ganhos de acordo com muitos autores estão ligados à melhora das matrizes em que os nanomateriais são inseridos, no caso do cimento estão relacionados muitas vezes à aceleração da reação de hidratação do mesmo proveniente da nucleação heterogênea (MAKAR; CHAN, 2009).

Porém, apesar dos benefícios provenientes do reforço com fibras, as mesmas podem tornar os materiais cimentícios difíceis de trabalhar no estado fresco, comprometendo assim as propriedades do estado endurecido. A incorporação de fibras para reforço resulta em espaços vazios excessivos, bem como dificuldades com a dispersão das mesmas. Para utilizar o reforço de fibras de forma eficaz, as propriedades do estado fresco do compósito devem ser controladas de modo que seja de fácil manuseio, e as propriedades do estado endurecido não sejam afetadas (KUDER, *et al.*, 2007). Por isso, para que as propriedades da matriz possam ser incrementadas é necessário que o nanomaterial utilizado seja disperso na mesma de forma adequada.

2.2.2 Métodos de dispersão de nanotubo de carbono

Sendo o nanotubo de carbono uma das nanofibras mais pesquisadas e difundidas nos últimos anos, vale ressaltar os métodos de dispersão mais utilizados nesse material para que se consiga sua distribuição homogênea e sua integração molecular na matriz, já que esses são fatores essenciais para a fabricação de nanocompósitos de alta qualidade e de grande potencial.

Assim como as demais fibras, para que os nanotubos de carbono possam proporcionar incrementos à matriz cimentícia, eles devem ser dispersos de forma adequada e com isso interagir de forma apropriada com os compostos hidratados do cimento (GLEIZE, 2011).

De acordo com Meng *et al.* (2010), dispersar uniformemente nanomateriais é uma tarefa complicada uma vez que costumam se apresentar emaranhados devido a sua elevada relação de aspecto. E além disso, os nanotubos de carbono se mostram fortemente atraídos um ao outro por conta da forte interação de van der Waals entre os tubos (AZOUBEL; MAGDASSI, 2010; MONTAZERI; CHITSAZZADEH, 2014).

Ademais, os NTC são hidrofóbicos, provocando uma aglomeração natural dos mesmos na presença de água (DE IBARRA, *et al.*, 2006). Por isso é importante encontrar um método que melhor se adapte ao que se propõe para então aprimorar o seu efeito de reforço.

Muitas pesquisas têm se dedicado a melhorar a dispersão de nanotubos de carbono em matrizes poliméricas, duas abordagens são possíveis: métodos de dispersão mecânica e modificação da superfície de NTC com base em métodos químicos (MONTAZERI; CHITSAZZADEH, 2014).

A dispersão de nanotubos de carbono em um meio líquido requer a aplicação de forças mecânicas. Essa dispersão costuma ser realizada por sonicação de ultrassom que é uma técnica simples que utiliza a energia acústica de alta intensidade para misturar e dispersar os materiais através da cavitação acústica, em que as moléculas de água são dispersas, auxiliando sucessivamente na dispersão dos nanomateriais presentes. Porém, a alta frequência de energia por tempo prolongado utilizada nesse processo pode resultar em danos à estrutura dos materiais (MONTAZERI; CHITSAZZADEH, 2014).

Entretanto, esse processo por si só não consegue dispersar o nanotubo de carbono por conta de sua característica hidrofóbica, por esse motivo, um meio usado para se conseguir essa dispersão é a combinação de ultrassom com surfactantes, como por exemplo os superplastificantes. A dispersão estável é então garantida por repulsão estérica e/ou eletrostática.

Konsta *et al.* (2010) em suas pesquisas conseguiu uma eficiente e adequada dispersão desse material, através da aplicação de energia ultrassônica e diferentes concentrações em água, combinado ao uso de superplastificante a base de policarboxilato.

Quanto a métodos químicos usados no intuito de reduzir a aglomeração desse nanomaterial, eles são divididos de acordo com a ligação existente entre os nanotubos de carbono e as moléculas das matrizes, podendo ser do tipo covalente e não-covalente (TASIS, *et al.*, 2006).

Se tratando de ligações covalentes, Sun *et al.* (2002) pontua os principais métodos utilizados: hidrogenação, fluoração, enxerto de nitretos, enxerto de carbetos, enxerto de outros radicais na superfície dos NTC e tratamento com ácido nítrico e sulfúrico.

O último tratamento citado anteriormente consiste na adição de radicais carboxilas na superfície dos NTC, podendo melhorar a dispersão em meio alcalino, devido aos efeitos de eletro-repulsão.

Autores sugerem a mistura dos dois ácidos, nítrico e sulfúrico, na proporção de 1:3 respectivamente (EITAN, *et al.*, 2003), porém vale ressaltar que esse método também pode ocasionar defeitos estruturais no NTC, vindo a provocar efeitos negativos nas propriedades mecânicas de seus produtos.

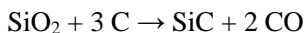
Quando se trata de ligações não-covalentes os métodos utilizados por muitos pesquisadores são: adições de polímeros (NING, *et al.*, 2004) e biomoléculas (LIU, *et al.*, 2007). Esses processos são usados com a finalidade de não alterar as características dos nanotubos de carbono e nem lhes causar danos.

Esse trabalho objetiva analisar a incrementação do desempenho mecânico da pasta de cimento Portland quando inseridos nanobastões de carbetto de silício, porém, como esse tema ainda possui uma literatura muito restrita e sem grandes estudos quanto sua inserção na matriz cimentícia, deu-se enfoque às características de introdução e dos métodos de dispersão dos nanotubos de carbono, por se tratar de uma das nanofibras mais estudadas quanto reforço à matriz de cimento.

2.3 CARBETO DE SILÍCIO (SiC)

O carbetto de silício tem por fórmula SiC, e é muito usado como um abrasivo de trituração e de corte, no polimento de vidro e pedras de amolar. Utilizado ainda na fabricação de porcelana, tijolo, forro de fornos, na tecnologia de semicondutor (PATNAIK, 2002), como reforço em compósitos cerâmicos, em compósitos com matriz de metal e suportes catalíticos (MISHRA, *et al.*, 2009).

O carbetto de silício (SiC) é resultado da ligação de silício – carbono. Quando os compostos de carbono são formados com elementos como, Si (silício), B (boro), dentre outros, e têm uma eletronegatividade próxima da do carbono, as ligações são consideradas covalentes. O carbetto de silício tem uma estrutura semelhante à do diamante, e ele é preparado por meio da reação de SiO₂ (dióxido de silício) com C (carbono) (HOUSE, 2008), aquecido entre 1900°C e 2200°C (Macéa, 2014), como pode se observar na Equação 1 (HOUSE, 2008).



Equação 1

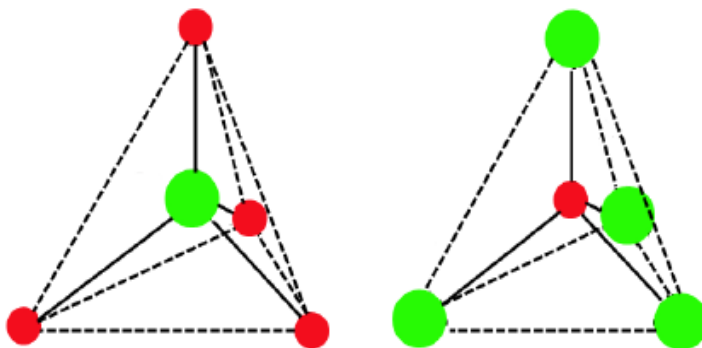
O SiC é o composto mais simples do Si e C e é o único estequiometricamente conhecido que é estável à temperatura e pressão ambiente se tratando do sistema silício-carbono (ROSA, 2012), além disso, o carbetto de silício apresenta módulo de Young altíssimo de 424 GPa (POKROPIVNYI; SILENKO, 2006).

Existem dois principais tipos de SiC, o carbetto de silício alfa (α -SiC) e o carbetto de silício beta (β -SiC), sendo este último a forma mais estável em temperatura e pressão ambiente (PATNAIK, 2002).

O carbeto de silício β -SiC possui uma estrutura de diamante, em que um átomo de Si (silício) está ligado a quatro átomos de C (carbono), e cada átomo de C está ligado a quatro átomos de Si (PAWLENKO, 1986). Pode-se verificar tal estrutura na Figura 3.

O β -SiC tem por densidade $3,217 \text{ g/cm}^3$, dureza em Mohs 9,5, sublima a cerca de 2700°C e além disso é insolúvel em água e ácidos (PATNAIK, 2002).

Figura 3 - Arranjos dos tetraedros de Si (verde) e de C (vermelho) no SiC.



Fonte: Rosa, 2012.

Os nanomateriais de carbeto de silício possuem características singulares decorrentes do seu reduzido tamanho e também de sua fonte de produção (SiC), como resistência à oxidação e à elevadas temperaturas; inércia química e estabilidade térmica (MISHRA, *et al.*, 2009), dureza e boa resistência mecânica (KANG, *et al.*, 2011), possui ainda alta condutividade térmica; baixa expansão térmica e são também importantes materiais semicondutores (ZHU, *et al.*, 2009).

2.3.1 Materiais de carbeto de silício

Devido as suas propriedades promissoras como já citado anteriormente, os materiais provenientes do carbeto de silício vêm despertando nos últimos anos grande interesse em pesquisas.

Os materiais cerâmicos apresentam alta dureza, baixa resistência à tração e ao impacto (BERTRAM; GERHARDT, 2011), por conta disso para fins estruturais o uso desses materiais que normalmente apresentam baixa resistência à fissura acaba sendo limitado (KELINA; ERSHOVA; PLYASUNKOVA, 2000) e a incorporação de SiC_w (bastões de SiC) em

suas matrizes tem proporcionado geralmente melhorias nas propriedades quando comparadas com a matriz monolítica.

No ano de 1980, pesquisadores do Laboratório de Oak Ridge National, nos Estados Unidos, desenvolveram um compósito com matriz de Al_2O_3 (óxido de alumínio) reforçada com bastões de carbetto de silício. A inclusão de uma fração de volume relativamente pequena de bastões de SiC proporcionou grandes impactos sobre as propriedades do material permitindo aplicações interessantes, exemplo disso é o efeito da distribuição de tensões mecânicas dentro do compósito, proveniente da forma dos filamentos emaranhados de SiC (BERTRAM; GERHARDT, 2011).

O aumento da resistência e a redução do caráter quebradiço da cerâmica são os principais efeitos resultantes da adição de bastões de SiC na matriz desse material. Os bastões proporcionam o aumento da tenacidade à fratura, redirecionando as mesmas e desviando a energia de deformação responsável pelo aumento destas, isso se dá por conta da transferência das tensões. Um estudo mostrou que a inclusão de nanobastões em matriz de alumina pura aumentou a resistência à fratura de 400MPa para 720MPa variando o volume de bastões de SiC entre 0% e 30%, porém ao adicionar um percentual de 40% desse nanomaterial à matriz analisada, houve então uma redução nesse parâmetro (BERTRAM; GERHARDT, 2011).

Com isso, acredita-se que a incorporação de bastões de SiC utilizados como reforço na matriz de alguns materiais, principalmente os cerâmicos convencionais, possa incrementar suas propriedades mecânicas.

2.3.2 Nanomateriais de carbetto de silício

Observa-se em muitos trabalhos que fibras com diferentes composições e com diâmetros nanométricos têm sido utilizadas para reforçar cerâmicas, plásticos e metais, sendo usadas como material de reforço para confeccionar nanocompósitos que podem ter suas propriedades melhoradas e se apresentar como materiais de alto desempenho quando comparados com os convencionais (LIU, 1997).

Ainda de acordo com Wallenberger (2000), os nanomateriais de carbetto de silício incrementam a resistência mecânica dos compósitos cerâmicos em que são inseridos, reduzindo a propagação de fissuras. E além disso não estão sujeitos a restrições sanitárias rigorosas quanto à sua produção, seu comércio e seu uso.

De acordo com os estudos de Wong, Sheehan e Lieber (1997), a resistência à flexão máxima determinada para os nanobastões de SiC com 20-30nm de diâmetro, usando microscopia de força atômica e técnicas de litografia foi de 53,4GPa, este valor foi duas vezes o melhor observado até então em materiais nanométricos. Já seu módulo de Young foi de 610-660GPa. Esses valores elevados têm sido atribuídos a uma redução do número de defeitos por unidade de comprimento que leva a falhas mecânicas quando comparados com estruturas maiores.

No processo de preparação de nanobastões de SiC, a seleção da fonte de carbono é muito importante. Geralmente, algumas fontes utilizadas são provenientes de nanotubos de carbono, carvão ativado, C₆H₆ (benzeno) e HOPG (grafite pirolítica altamente ordenada). Apesar da qualidade dos nanobastões de SiC provenientes dos nanotubos de carbono, esse material é demasiadamente caro para ser usado na síntese em massa desse produto. Já utilizando carvão ativado, faz com que os nanobastões conectem-se a qualquer cadeia ou fragmentos de nanopartículas de SiC. Quanto ao benzeno, esse material é venenoso e a HOPG pode facilmente produzir carbono amorfo como subprodutos, reduzindo assim a pureza dos produtos finais. Portanto, ainda existem intensas pesquisas a fim de determinar as fontes de carbono ideais e adequadas para a produção de nanobastões de SiC em larga escala (WU, *et al.*, 2004).

A primeira síntese com sucesso de nanobastões de SiC realizou-se em 1995, através do método de reação de nanotubo de carbono confinado que resultou em um material de tamanho muito pequeno (PENG, *et al.*, 2000), hoje em dia existe uma variedade de métodos que tem sido relatados para a síntese de nanobastões de SiC utilizando diferentes mecanismos de crescimento, cada método apresenta vantagens específicas e é muito difícil concluir aquele que resulta em um material de melhor qualidade, dentre os existentes estão: o método de reação de nanotubos de carbono confinados (CNCr), deposição de vapor químico de filamentos quentes (HFCVD), redução térmica de carbono e método de catalisador flutuante (WU, *et al.*, 2004). As diferenças básicas entre os vários métodos de crescimento estão relacionadas com as dimensões dos nanomateriais, na taxa de transferência de crescimento, utilização ou não de um catalisador metálico, temperatura máxima necessária, tipo dos precursores, viabilidade da preparação, dentre outros. Apresenta-se na Tabela 5 alguns dos métodos recentes utilizados por pesquisadores para a síntese dos nanomateriais de SiC.

Tabela 5 - Principais métodos de síntese de nanobastões de β - SiC.

Autores	Método de síntese	Diâmetro	Comprimento	Área superficial
Lai <i>et al.</i> (2000)	Deposição de vapor químico por filamento quente (HFCVD)	20 - 70nm	1 μ m	-
Liang <i>et al.</i> (2000)	Método de redução carbotérmica convencional e mecanismo de VLS (vapor-líquido-sólido)	10 - 30nm	Até várias dezenas de micrometros	-
Tang <i>et al.</i> (2000)	Reação de nanotubos de carbono confinados (CNCr)	20 -25nm	-	-
Zhang <i>et al.</i> (2001)	Método de catalisador flutuante	Menor que 100nm	-	-
Gao <i>et al.</i> (2002)	Método de redução carbotérmica	20 - 100nm	10 -100 μ m	-
Yang, Xia e Mokaya (2004)	Método de redução carbotérmica	50 - 90nm	20 μ m	120 - 145m ² /g
Wu <i>et al.</i> (2004)	Método de elevada temperatura de evaporação de reagentes sólidos	10 - 40nm	Escala de micrometros	-
Pol <i>et al.</i> (2006)	Decomposição térmica de óleo de silicone	~ 50nm	Maior que 1,5 μ m	563m ² /g
Dhage <i>et al.</i> (2009)	Método de redução carbotérmica sem catalisador	20 - 150nm	Até várias dezenas de micrometros	-

Fonte: Autora.

Conforme Wallenberg (2000), assim como outros nanomateriais, para que os nanobastões de SiC apresentem boa performance como reforço é necessário que haja uma adequada dispersão dos mesmos na matriz, e isso pode ser influenciado pela proporção de nanomaterial utilizado.

Em suas pesquisas Yang *et al.*, (2005) confeccionou três compósitos utilizando como matriz o SiC, dois deles utilizaram nanobastões de SiC e Tyranno-SA, nome comercial referente às fibras provenientes da síntese de policarbossilanos, e o terceiro compósito continha apenas Tyranno-SA, o volume da fibra utilizado nos compósitos foi de 43%.

As propriedades mecânicas e seu comportamento à fissura foram analisadas através do ensaio de rigidez à fratura e pelo ensaio à flexão de

três pontos. Na Tabela 6 a seguir verificam-se as composições, FRC (compósito sem o uso de nanobastões de SiC), NRC01 (compósito contendo 5,7% de nanobastões de SiC) e NRC02 (compósito contendo 6,1% de nanobastões de SiC), a densidade, Vnw (volume dos nanobastões), Tenacidade à fratura e Resistência à flexão.

Tabela 6 - Resultados obtidos com os ensaios do artigo.

Composição	Densidade (g/cm ³)	Vnw (%)	Tenacidade à fratura (MPa.m ^{1/2})	Flexão (MPa)
FRC	2,70±0.14	0	9,5±1.5	380±113
NRC01	2,62±0.03	5,7	16,3±3.3	660±77
NRC02	2,61±0.02	6,1	20,3±2.0	750±103

Fonte: Yang, *et al.*, (2005).

Através da Tabela é possível analisar que utilizando 5,7% de nanobastões de SiC a tenacidade à fratura aumentou 72% em relação a referência e quando o volume foi de 6,1% o aumento foi de 114%. Já em relação à resistência à flexão o aumento foi de 74% e 97% respectivamente a cada composição incrementada com nanobastões de SiC. Com isso, é possível afirmar que existe um aumento considerável nas propriedades mecânicas analisadas quando há inserção de nanobastões de SiC na matriz dos compósitos trabalhados.

Ainda de acordo com as pesquisas de Yang *et al.* (2007), em outro trabalho, matrizes de SiC foram reforçadas com nanobastões de SiC. Confeccionaram-se então quatro compósitos, um deles sem nanobastões e os outros três com diferentes percentuais de volume desse material, todas as composições utilizaram o mesmo percentual de 43% de fibra de Tyranno-SA.

Na Tabela 7 observa-se as composições e os resultados que foram analisados com os diferentes Vnw (volume dos nanobastões). O FRC (compósito sem o uso de nanobastões de SiC), NRC1,6 (compósito contendo 1,6% de nanobastões de SiC), NRC5,7 (compósito contendo 5,7% de nanobastões de SiC) e NRC6,1 (compósito contendo 6,1% de nanobastões de SiC) e a Resistência à flexão de três pontos.

Tabela 7 - Resultados obtidos com o ensaio proposto no artigo.

Composição	Densidade (g/cm ³)	Vnw (%)	Flexão (MPa)
FRC	2,70±0.14	0	380±113
NRC1,6	2,62±0.03	1,6	470±50
NRC5,7	2,62±0.03	5,7	660±77
NRC6,1	2,62±0.02	6,1	750±103

Fonte: Yang, *et al.*, (2007).

Observou-se a partir da Tabela anterior que todos os compósitos que utilizaram os nanobastões em sua composição tiveram ganhos na propriedade analisada em relação a referencial, e com o volume de 6,1% de nanobastões de SiC a resistência do compósito mais que dobrou quando relacionado a matriz sem esse material. Com isso, é possível assegurar que os nanobastões de carbeto de silício podem incrementar as propriedades mecânicas dos compósitos.

Em sua pesquisa Meng *et al.* (2010) acrescentou nanobastões de SiC à matriz de epóxi a fim de aumentar a rigidez e a resistência dos compósitos no seu estado endurecido. Para isso realizou-se um tratamento dos nanobastões de SiC com óxido de níquel em diferentes proporções, a fim de ajustar a razão de aspecto (comprimento/diâmetro) dos nanobastões utilizados na mistura.

Adicionou-se então à matriz epoxídica diferentes proporções molares de SiC/óxido de níquel (5, 10 e 20) e como esperado o tratamento fez com que a relação de aspecto dos nanobastões fosse reduzida. Os índices médios resultantes dessa relação foi de 7,0; 13,9 e 23,9 respectivamente para as proporções citadas anteriormente.

Avaliou-se então as propriedades mecânicas de resistência através do ensaio de tração por compressão diametral e flexão desses compósitos, na Tabela 8 pode-se verificar os resultados obtidos com os ensaios referenciados, lembrando que a amostra EP indica a amostra referencial ou seja, a matriz de epóxi, EP-SiC indica a presença de nanobastões de SiC sem tratamento utilizados na quantidade de 0,5% em relação a resina epóxica, e as demais nomenclaturas indicam as diferentes relações de aspecto dos nanobastões de carbeto de silício que foram alcançadas com o tratamento proposto.

Tabela 8 - Resultados obtidos com os ensaios propostos no artigo.

Compósitos	Tração (MPa)	Flexão (MPa)
EP	59,5	100,3
EP-SiC	67	104,5
EP - 23,9	68	106
EP- 13,9	70	110
EP- 7,0	72	118

Fonte: Meng, *et al.*, (2010).

Observou-se que os compósitos reforçados com nanobastões que possuíam a menor relação de aspecto, EP – 7,0, tiveram melhores resultados quanto às propriedades mecânicas analisadas, e isso pode ser explicado devido a melhor dispersão dos nanobastões na matriz e sua atuação como obstáculos para a propagação de fissuras, enquanto que os demais compósitos que possuíam uma relação de aspecto maior, o tratamento acabou por reduzir demais o tamanho dos nanobastões de SiC e isso fez com que eles tendem-se a enrolar e aglomerar-se de forma que não se apresentavam uniformemente distribuídos na matriz, afetando assim o desempenho mecânico do compósito.

Na Tabela 9 a seguir observa-se o resumo dos artigos citados anteriormente.

Tabela 9 - Resultados dos artigos utilizando nanobastões de SiC.

Autores	Matriz	Tração (MPa)	Flexão (MPa)	Tenacidade à fratura (MPa.m^{1/2})
Yang <i>et al.</i> (2005)	SiC	-	+ 97%	+ 100%
Yang <i>et al.</i> (2007)	SiC	-	+ 97%	-
Meng <i>et al.</i> (2010)	Epóxi	+ 21%	+ 17%	-

Fonte: Autora.

Conforme Zekentes e Rogdakis (2011), o estudo das propriedades mecânicas dos nanobastões de SiC ainda é bastante limitado e trabalhos adicionais são necessários para que possa ser realizado sua descrição completa e então avaliação de seu potencial para cada aplicação.

2.4 SÍNTESE DA BIBLIOGRAFIA

Muitos nanomateriais estão sendo pesquisados com a finalidade de incrementar as características mecânicas dos produtos cimentícios. Dentre eles, os mais pesquisados e difundidos são os nanotubos de carbono, de acordo com os resultados de muitas pesquisas vem sendo um material promissor a ser utilizado como reforço junto a compósitos cimentícios.

Nesse trabalho de pesquisa realizou-se a confecção de pastas de cimento Portland utilizando nanobastões de SiC, que são materiais que possuem alto potencial de aplicação devido suas características referentes ao seu tamanho reduzido.

Mas para que seu uso seja eficiente, assim como os nanotubos de carbono, os nanobastões de SiC também devem ser dispersos de forma adequada na matriz, para que possa ocorrer sua interação com os compostos hidratados do cimento, principalmente o C-S-H, permitindo assim a distribuição dos esforços mecânicos aos quais a matriz será submetida.

O método mais comum e simples de dispersão uniforme de nanomateriais de acordo com a bibliografia citada é a sonicação ultrassônica combinada com surfactantes. Portanto, os nanobastões de carbeto de silício utilizados no trabalho foram dispersos em meio aquoso junto ao superplastificante com base de policarboxilato de sódio através da sonicação ultrassônica, vale ressaltar que a escolha do aditivo se deu por ser um dos surfactantes mais utilizados em pesquisas com o intuito de auxiliar na dispersão dos nanotubos de carbono em meio aquoso.

A partir do referencial bibliográfico, verificou-se que percentuais até 0,8% de nanotubos de carbono, em relação a massa de cimento, resultavam em ganhos significativos nas resistências mecânicas das matrizes em que eram adicionados. Por não se ter conhecimento de outros trabalhos que adicionem nanobastões de SiC em matrizes de cimento Portland, optou-se por utilizar percentuais dentro da faixa de 0,25% a 1,5% em relação à massa de cimento, visando analisar os percentuais mais promissores para incrementação da resistência mecânica dessas matrizes.

A quantidade de aditivo utilizada em cada formulação visava manter constante a trabalhabilidade e o espalhamento das pastas próxima da referencial, para se conseguir características similares no adensamento das mesmas, e também reduzir a quantidade de variáveis que viessem a interferir nos resultados mecânicos das pastas endurecidas, tal característica pôde ser avaliada através do ensaio de mini abatimento realizado nas pastas recém confeccionadas.

Os efeitos da interação dos nanobastões de SiC com os produtos de hidratação do cimento Portland foram identificados por meio da análise do ensaio de calorimetria, sendo possível então avaliar se a resistência obtida pelos compósitos confeccionados se deve pela forma e tamanho dos nanobastões de SiC utilizados, ou a uma aceleração da reação de hidratação do cimento Portland por meio de nucleação heterogênea.

Como visto no decorrer da bibliografia, o desempenho de compósitos cimentícios depende basicamente das características do cimento, sendo a porosidade a mais importante, pois é o parâmetro que determina o desempenho mecânico e influencia ainda as propriedades de transporte e de permeabilidade do produto. Isso passa a ser então uma importante característica na eficiência dos nanobastões de SiC em matriz de cimento, por isso optou-se também por realizar o ensaio de índice de vazios nos corpos de prova confeccionados para estimar o percentual de poros abertos, ou seja, àqueles comunicáveis com o exterior, presentes nos mesmos.

Para caracterização do efeito da inserção dos nanobastões de SiC em matrizes cimentícias, realizou-se ensaios de resistência à flexão e à compressão, e módulo de elasticidade dinâmico, nas idades de 7 e 28 dias conforme normas regulamentadoras. Com isso, através de seus resultados, pode-se avaliar possíveis aplicações dos nanobastões de SiC em pesquisas futuras com matrizes cimentícias mais elaboradas, como a argamassa e o concreto, e sua inserção na Construção Civil.

Devido à falta de pesquisas utilizando nanobastões de SiC em matrizes cimentícias, a metodologia utilizada baseou-se em trabalhos realizados com nanotubos de carbono, inclusive alguns desenvolvidos no grupo de pesquisa do Laboratório de Aplicações de Nanotecnologia em Construção Civil, na Unidade Federal de Santa Catarina.

3 PROGRAMA EXPERIMENTAL

O Programa Experimental desta Dissertação tem como objetivo instrumentar os ensaios, de modo a avaliar o comportamento de pastas de cimento Portland com adição de nanobastões de SiC. As variáveis envolvidas são descritas a seguir:

- Teor de nanobastões de SiC. Foram utilizados 4 teores de nanobastões incorporados às pastas, sendo 0,25%, 0,50%, 1,00% e 1,50% em relação à massa de cimento, e a pasta referencial confeccionada apenas com água e cimento. Junto a esses teores, definiu-se ainda uma quantidade mínima de superplastificante com base química de policarboxilato de sódio, a fim de determinar através do ensaio de mini abatimento um espalhamento próximo ao da pasta referencial para cada composição.

- Diferentes idades. As idades escolhidas para realizar os ensaios propostos foi a de 7 e 28 dias.

Deu-se início a pesquisa bibliográfica que fundamenta o tema “Nanobastões de SiC”, para compreender tópicos relacionados às propriedades desse material, suas características e suas aplicações enquanto material de construção civil.

Tendo em vista a falta de trabalhos que nortegassem os parâmetros de controle adequados a esse material, realizaram-se testes com tal finalidade.

Com base nos resultados preliminares e na revisão de literatura, definiu-se o presente Programa Experimental. Estipularam-se os percentuais de nanobastões a serem utilizados nas pastas, método de dispersão do nanomaterial em meio aquoso, procedimentos de preparo e cura, composição das misturas, características dos corpos de prova e a metodologia a ser utilizada na execução dos ensaios mecânicos.

A seguir são descritos os materiais e os métodos dos ensaios utilizados para avaliar as características das pastas com adição de nanobastões de SiC.

3.1 CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS E EQUIPAMENTOS

3.1.1 Cimento

O cimento utilizado nesta pesquisa foi o CII-F-32 com especificações da norma brasileira NBR 5737:1992, da marca Itambé. Nas Tabela 10, 11 e 12 apresentam-se as características químicas, físicas

e mecânicas do mesmo fornecidas pelo fabricante. Este cimento é composto do cimento puro mais a adição de fíler calcário e foi escolhido por apresentar quantidades menores de adições reativas evitando assim que outros componentes influenciassem na interação da matriz com os nanobastões de SiC.

Tabela 10 - Características químicas do cimento.

Composto	Teor (%)
Al ₂ O ₃	4,40
SiO ₂	18,34
Fe ₂ O ₃	2,93
CaO	60,94
MgO	4,96
SO ₃	2,70
Perda ao Fogo	4,73
CaO Livre	1,02
Resíduo Insolúvel	1,35
Equivalente Alcalino	0,71

Fonte: Cimento Itambé (2013).

Tabela 11 - Características físicas do cimento.

Ensaio Físico	
Expansibilidade a quente (mm)	0,35
Início de pega (h:mín.)	03:17
Fim de pega (h:mín.)	03:59
Consistência Normal (%)	26,70
Área específica (cm ² /g)	3.333
Finura # 200 (%)	2,57
Finura # 325 (%)	12,85
Massa Específica (g/cm ³)	3,11

Fonte: Cimento Itambé (2013).

Tabela 12 - Características mecânicas do cimento.

Idade (dias)	Resistência à compressão (MPa)
1	15,6
3	30,6
7	35,9
28	42,4

Fonte: Cimento Itambé (2013).

3.1.2 Aditivo superplastificante

O aditivo superplastificante utilizado foi o TEC-FLOW 8000 da marca Grace com base química de policarboxilato de sódio. Esse aditivo

foi utilizado com o intuito de se manter a trabalhabilidade e espalhamento de todas as pastas preparadas com nanobastões de SiC próxima da pasta referência, facilitando assim o preenchimento dos moldes utilizados para confeccionar os corpos de prova.

A dosagem utilizada foi diferente para cada teor de nanobastões de SiC adotado, e a faixa usada foi entre 0,010% e 0,035% em relação à massa de cimento, na Tabela 13 encontram-se as características do aditivo.

Tabela 13 - Características do superplastificante.

Produto	TEC-FLOW 8000
Nome Químico	Policarboxilato Modificado
Estado Físico	Líquido
Cor e odor	Amarelo turvo e odor característico
Peso específico (g/cm³)	1,10 +/- 0,02 g/cm ³
Voláteis (% em peso)	51%
pH (produto puro)	5,5 +/- 1,0
Solubilidade em água	Totalmente solúvel em água

Fonte: Rheoset (2010).

Ressalta-se que os policarboxilatos atuam principalmente por repulsão estérica, pois sua ionização não é suficiente para proporcionar repulsão elétrica considerável. Também são chamados de redutores de água de alta eficiência, pois são capazes de reduzir o teor de água de 3 a 4 vezes em alguns traços (HARTMANN, 2002).

3.1.3 Nanobastões de β -SiC

Os nanobastões de β -SiC utilizados na incorporação da pasta de cimento foram adquiridos na Empresa Nanostructured & Amorphous Materials, Inc. com as características apresentadas na Tabela 14.

Tabela 14 - Características do nanobastões de β -SiC (99+%).

Nanobastões de β-SiC	
Carbono livre	<0.05%
Diâmetro	0,1 – 2,5 μ m
Comprimento	\geq 2-50 μ m
Tipo de cristal	Beta
Temperatura de decomposição	2699,85 °C
Densidade (14,85°C)	3,216 g/cm ³
Dureza (Mohs)	9,5

Fonte: Nanostructured & amorphous materials, Inc., s.d.

3.1.4 Água

A água utilizada para a confecção dos corpos de prova foi a deionizada com o intuito de evitar a influência causada por íons que pudessem causar variação nos ensaios.

3.1.5 Sonicador

O sonicador utilizado foi o modelo Vibra-Cell 750 Watts com processador ultrassônico – Serie VCX – Frequência de 20 kHz, seu processador é ideal para aplicações de pequeno e médio volume usado para dispersar nanopartículas (SONICS & MATERIALS, INC., 2006), ativando e acelerando as reações químicas da mistura. Esse equipamento foi usado com a energia de 40000 Joules – amplitude 50% - ciclo 20 segundos sonicando a solução e 20 segundos parado, por um tempo total de 6 minutos.

Tais parâmetros basearam-se em trabalhos realizados no Laboratório de Aplicações de Nanotecnologia em Construção Civil para dispersão dos nanotubos de carbono, pois assim como os NTC quando dispersos em meio aquoso por meio de sonicação, os nanobastões de SiC também elevavam a temperatura da solução, sendo determinado então que esses seriam os parâmetros ideais para o que se pretendia sem que a temperatura da solução aumentasse tanto.

3.1.6 Agitador mecânico

O agitador mecânico utilizado é da marca Tedemix Ind. E Com. LTDA, modelo ML-03, cujo motor elétrico suporta uma rotação de 1760 RPM, possui potência de 0,75 HP, capacidade de até 2 litros, com haste tipo *cawles* de fluxo axial e 6 cm de diâmetro.

3.1.7 Mini tronco

Utilizou-se um mini tronco de acrílico com diâmetro menor de 19mm, diâmetro maior de 38mm e altura de 57mm para o ensaio do método de Kantro ou mini abatimento.

3.1.8 Fôrmas

As fôrmas usadas para a confecção dos corpos de prova utilizados no ensaio de resistência à compressão axial são cilíndricas e rígidas de

nylon, com 20mm de diâmetro e 50mm de altura, para permitir que seja retirado na fresa até 10mm.

Quanto aos corpos de prova utilizados nos ensaios de módulo de elasticidade dinâmica e resistência à flexão, foram confeccionados também em fôrmas de *nylon* com 100x20x20mm, e para evitar que os corpos de prova ficassem aderidos às mesmas, aplicou-se desmoldante antes de verter a mistura nas fôrmas.

3.2 DISPERSÃO DOS NANOASTÕES DE SiC

Antes de serem adicionados ao cimento, os nanobastões de SiC foram misturados à água através da sonicação ultrassônica, com o objetivo de se obter uma solução mais homogênea quando inseridos na matriz cimentícia. Esse método é citado por vários autores como Konsta *et al.* (2010) e Montazeri; Chitsazzadeh (2014), para a dispersão de nanotubos de carbono.

Inicialmente adicionou-se à mistura de água com os nanobastões, o superplastificante com base química de policarboxilato de sódio, e sonicou-se, para que então fosse adicionada ao cimento. Após adicionar essa solução ao cimento levou-a ao agitador mecânico por 3 minutos, tendo como resultado final, a pasta. Após isso foi realizado o ensaio do mini abatimento para que a quantidade de aditivo fosse determinada, com o intuito de se obter uma abertura com diâmetro bem próximo da pasta referência, que não possuía nanobastões de SiC nem aditivo, em sua confecção.

Após ensaios preliminares foi verificado que os nanobastões se comportavam da mesma forma, fazendo o uso ou não do aditivo na fase de sonicação. Por isso, realizou-se novamente a sonicação, agora sem a presença do aditivo nessa fase, para se analisar o espalhamento e a trabalhabilidade da pasta, através do ensaio de mini abatimento.

Adicionou-se os nanobastões em 95% da água, reservando o restante, e sonicou-se essa solução, utilizando os mesmos parâmetros de mistura que o anterior. Após esse processo, adicionou-se a solução ao cimento e misturou por um tempo de 1 minuto no agitador mecânico, em seguida colocou-se o restante da água com o aditivo e misturou por mais 2 minutos. Ao finalizar a confecção da pasta, realizou-se novamente o ensaio de mini abatimento e verificou-se as diferenças entre os dois processos de inserção do aditivo.

Vale ressaltar que foi utilizada uma bacia com gelo em que se colocava o recipiente que era levado ao sonificador, a fim de manter a temperatura da mistura durante o processo de sonicação, visando

minimizar qualquer interferência no ensaio de calorimetria. Após a sonicação, aferia-se a temperatura da solução, utilizando um termômetro simples de mercúrio, até que a mesma se apresentasse a 23°C, temperatura ambiente, e só então adicionava-se ao cimento.

3.3 MOLDAGEM DOS CORPOS DE PROVA DE PASTA DE CIMENTO

As pastas foram confeccionadas utilizando-se o cimento Portland tipo CPII-F-32, água deionizada, aditivo superplastificante a base de policarboxilato de sódio e nanobastões de carbeto de silício. A relação água/cimento utilizada foi de 0,4, tida após ensaios preliminares como a relação mais adequada para o adensamento da pasta referencial nas fôrmas. As dosagens dos materiais seguiram a relação apresentada na Tabela 15 abaixo.

Tabela 15 - Composição das pastas de cimento.

Lote	Cimento (g)	Água (g)	Aditivo SP (g)	Nanob. SiC (g)
Referência	975	390	-	-
0,25%	975	390	0,097	2,44
0,50%	975	390	0,146	4,87
1,00%	975	390	0,244	9,75
1,50%	975	390	0,341	14,62

Fonte: Autora.

A quantidade de água adicionada a mais, proveniente do superplastificante foi muito pequena, por isso desconsiderada, ficando em torno de 0,047g para a mistura de 0,25% de nanobastões de SiC e 0,167g para a mistura com o maior teor de nanobastões de SiC.

A mistura das pastas foi realizada em sala climatizada com temperatura de 23°C \pm 3°C.

Após o processo de sonicação de parte da água com os nanobastões de SiC, esperou-se cerca de 5 minutos até que a mesma estivesse a 23°C e só então adicionou-se a solução ao cimento. Em seguida, a mistura foi levada ao agitador mecânico por 1 minuto, utilizando a frequência de 15 Hz equivalente à 440 RPM.

Após esse período sem desligar o agitador, acrescentou-se o aditivo, misturado ao restante da água que havia sido reservado, dando continuidade ao processo por mais 2 minutos, com a mesma frequência.

Todo o processo de mistura durou 3 minutos desde a adição da água no cimento até o equipamento ser desligado e a pasta direcionada aos ensaios e vêtidadas nas fôrmas.

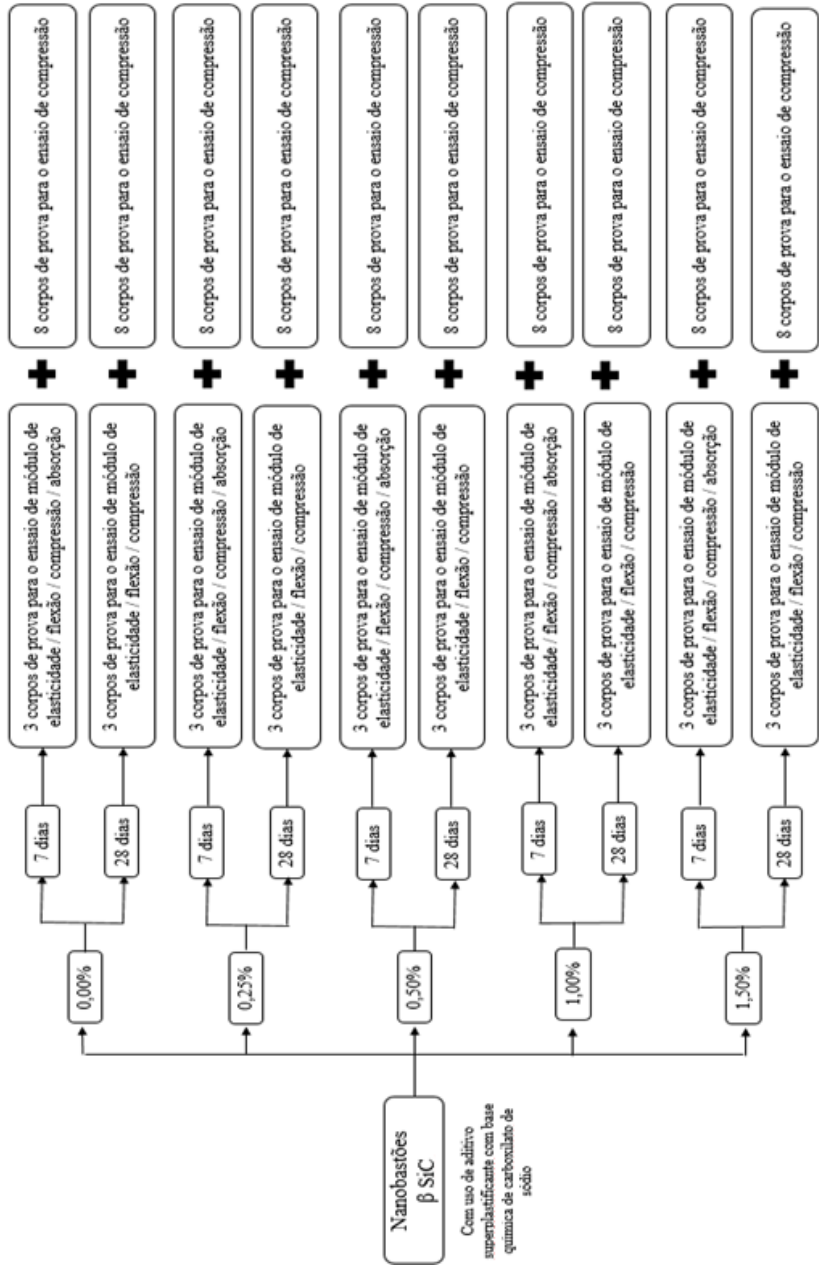
Após o término do processo de mistura, reservou-se parte da pasta para o ensaio de mini abatimento, outra para a calorimetria e o restante para ser colocado nas fôrmas prismáticas 20x20x100mm e nas cilíndricas 20x50mm. As pastas foram adensadas soltando 5 vezes as fôrmas na bancada de uma altura aproximadamente de 20cm, com o intuito de eliminar as bolhas na superfície das fôrmas.

A cura foi feita em ambiente úmido, com aproximadamente 100% de umidade relativa, por 48 horas, pois antes dessa idade se tornava difícil a desmoldagem dos corpos de prova prismáticos, sem que os mesmos apresentassem imperfeições nas bordas. Após este período, os CPS foram desmoldados e curados em tanque com água saturada em cal até a data dos ensaios mecânicos.

No estado endurecido, foram avaliados módulo de elasticidade dinâmico, resistência à flexão e à compressão e o índice de vazios. Sendo produzidas 4 combinações de pastas com nanobastões de SiC e uma referência. Cada lote era composto por 6 corpos de prova prismáticos para o ensaio de módulo de elasticidade dinâmico e posteriormente utilizados no ensaio de resistência à flexão, compressão e de índice de vazios, e 16 corpos de prova cilíndricos para o ensaio de resistência à compressão.

Optou-se por realizar o ensaio de compressão nos corpos de prova cilíndricos e prismáticos, para uma posterior comparação entre os resultados obtidos com as diferentes geometrias. A seguir na Figura 4, verifica-se o esquema de produção dos corpos de prova.

Figura 4 - Esquema de produção dos corpos de prova.



Fonte: Autora.

3.4 ENSAIO DE KANTRO OU MINI ABATIMENTO

O ensaio de mini abatimento foi desenvolvido por Kantro em 1980, e baseia-se na execução de um abatimento de um mini tronco com uma pequena quantidade de pasta de cimento, para avaliar sua abertura. Para isso utiliza-se um cone de abatimento centralizado em uma placa de vidro, em seguida preenche-se totalmente o molde com a pasta a ser ensaiada, faz-se o rasamento da pasta, retira-se então o molde e espera até que o espalhamento da mesma se estabilize, mede-se então com o paquímetro dois diâmetros perpendiculares, e tira-se a média, na Figura 5 verifica-se tal procedimento.

Esse método não é normalizado por nenhuma entidade certificadora, mas é tido como válido devido aos significativos resultados obtidos nos ensaios em diversas pesquisas, auxiliando assim na escolha e manuseio de aditivos químicos.

Figura 5 - Ensaio de mini abatimento realizado em pasta.



Fonte: Autora.

3.5 ENSAIO DE CALORIMETRIA POR CONDUÇÃO

Após a pasta ser recém confeccionada, cerca de 10 gramas foram vêtidos no frasco a ser levado ao calorímetro, como verificado na Figura 6 a seguir.

O perfil de liberação de calor na hidratação das pastas de cimento Portland foi monitorado por 51 horas.

Esse ensaio foi realizado para que pudesse ser medido a quantidade de calor liberado durante a reação de hidratação do cimento e também o tempo de pega de cada pasta confeccionada.

O equipamento utilizado para esse ensaio foi o calorímetro de condução isotérmica Thermometric AB da TAM Air (TA Instruments) de oito canais, com sistema informatizado de aquisição de dados, com frequência média de leitura a cada 30 segundos. Esses ensaios foram realizados no Laboratório de Aplicações de Nanotecnologia em Construção Civil (NANOTEC), na UFSC.

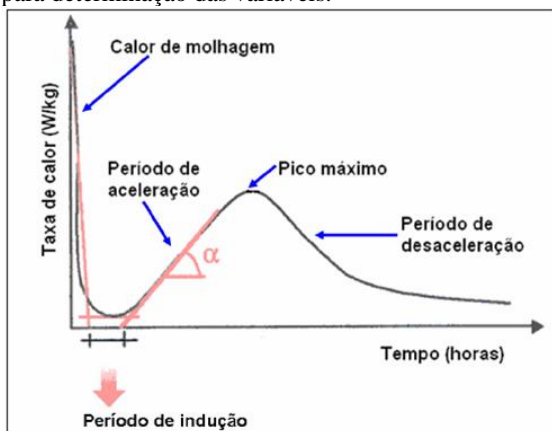
Figura 6 - Frascos utilizados no ensaio de calorimetria.



Fonte: Autora.

Após o tempo de 51 horas, o programa da Tam Air gera um gráfico de fluxo de calor, e através deste obtém-se o período de indução e adquire-se também a taxa de liberação de calor durante o período de aceleração, interpretada através da inclinação da curva de calorimetria, e o pico máximo de calor. A inclinação da curva de aceleração, no caso o α , coeficiente angular, é calculada a partir da regressão linear do segmento específico da curva de fluxo de calor em função do tempo, e representa o aumento da taxa de calor durante o intervalo estudado, conforme esquematiza a Figura 7.

Figura 7 - Representação esquemática da curva de calorimetria e os critérios para determinação das variáveis.



Fonte: Quarcioni (2008).

3.6 ENSAIO DE MÓDULO DE ELASTICIDADE

O equipamento utilizado para esse ensaio é da Sonelastic® da ATPC Engenharia. É um ensaio não-destrutivo do módulo dinâmico de elasticidade, módulo de cisalhamento e razão de Poisson, a partir de frequências naturais adquiridas através da técnica de excitação por impulso, e baseia-se na norma ASTM-E1876 (1999).

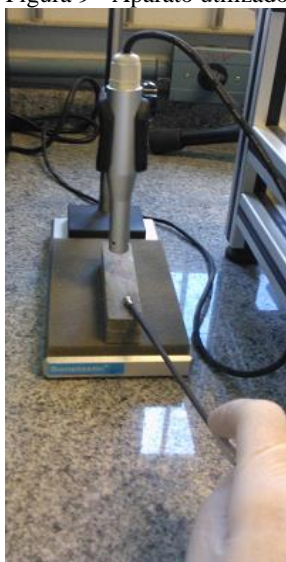
A técnica consiste em um pequeno impacto na extremidade do corpo de prova prismático, sendo que no ponto médio de seu comprimento há um captador acústico, como verifica-se na Figura 8 e o aparato melhor visualizado na Figura 9.

Figura 8 - Equipamento utilizado no ensaio de medida do módulo de elasticidade.



Fonte Autora.

Figura 9 - Aparato utilizado no ensaio do módulo de elasticidade.



Fonte: Autora.

O sinal obtido passa por um processamento de FFT (*Fast Fourier Transform*) para obter os picos de frequências naturais de vibração. A resposta acústica é resultado do impacto no corpo de prova e é originada pelas frequências naturais de vibração, essas frequências dependem da massa, geometria, dimensões e principalmente do módulo de elasticidade de cada corpo de prova (ATCP Engenharia Física, 2014).

O modo de vibração utilizada nesse ensaio será o de vibração flexional, ele permite o cálculo do módulo de elasticidade a partir do uso de uma razão de Poisson, 0,20 estimada nesse caso. Na Equação 2 a seguir é descrito o cálculo desse módulo para corpos de prova com secção retangular.

$$E = 0,9465 \left(\frac{mff^2}{b} \right) \left(\frac{L^3}{t^3} \right) T1 \quad \text{Equação 2}$$

Onde:

E = módulo de elasticidade (GPa);

m = massa (g);

L = comprimento (mm);

b = largura (mm);

t = espessura (mm);

ff = frequência de ressonância fundamental flexional (Hz);

T1 = fator de correção para o modo fundamental flexional, que depende da razão de Poisson (μ) e da razão de aspecto da barra, dado por:

$$T1 = 1 + 6,585(1 + 0,0752\mu + 0,8109\mu^2) \left(\frac{t}{L} \right)^2 - 0,868 \left(\frac{t}{L} \right)^4 - \left[\frac{8,340(1 + 0,2023\mu + 2,173\mu^2) \left(\frac{t}{L} \right)^4}{1,000 + 6,338(1 + 0,1408\mu + 1,536\mu^2) \left(\frac{t}{L} \right)^2} \right] \quad \text{Equação 3}$$

O equipamento é direcionado para amostras de tamanho pequeno com comprimento entre 20 e 100mm, e é composto por captadores (omnidirecional pedestal CA-EL-SB), suportes (SB-AP) e pulsador (manual PM-HL), equipamento disposto também no NANOTEC.

3.7 ENSAIO DE RESISTÊNCIA À FLEXÃO

Para esse ensaio baseou-se na NBR 13279 (2005), porém visando reduzir a quantidade de material utilizado para os testes, optou-se por

confeccionar corpos de prova 20x20x100mm, utilizando-se para esse ensaio uma prensa Instron modelo 5569 com a velocidade de 0,50 MPa/s. A carga foi aplicada no centro do corpo de prova na parte superior enquanto havia dois apoios localizados na parte inferior do CP, distantes entre si 60 mm, assim como verifica-se na Figura 10 a seguir. Os corpos de prova foram ensaiados aos 7 dias e depois aos 28 dias de idade.

Para o cálculo da resistência à flexão utilizou-se a Equação 4:

$$R_f = \frac{1,5 \cdot F_1 \cdot L}{bh^2} \quad \text{Equação 4}$$

R_f = resistência à flexão em megapascal (MPa);

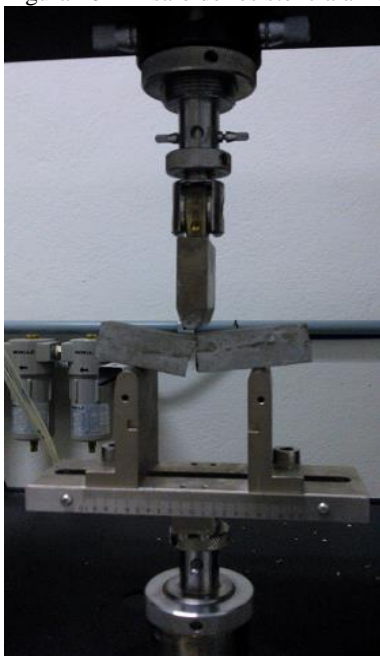
F_1 = carga máxima aplicada em Newton (N);

L = distância entre os apoios em milímetros (mm)

b = largura do corpo de prova em milímetros (mm);

h = altura do corpo de prova em milímetros (mm).

Figura 10 - Ensaio de resistência à flexão.



Fonte: Autora.

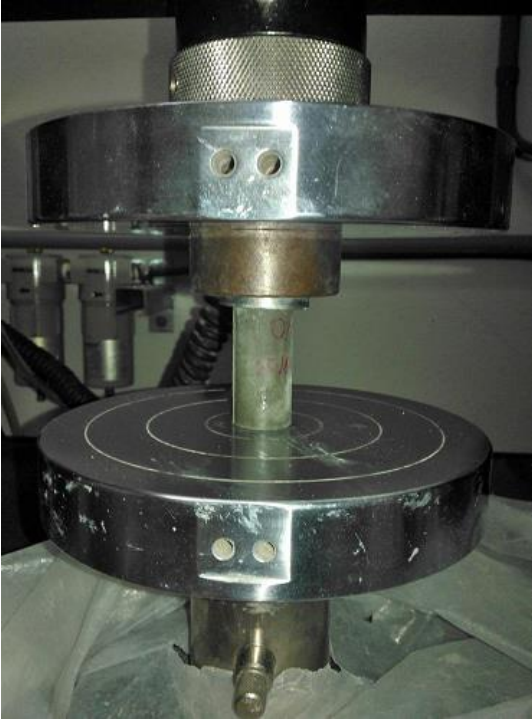
3.8 ENSAIO DE RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO CILÍNDRICA

O ensaio de resistência à compressão foi realizado baseando-se nas indicações da NBR 7215 (1996).

Os corpos de prova cilíndricos foram fresados em uma cortadeira metalográfica Isomet da marca Bluehler, de modo a obter dimensões finais de 20mm de diâmetro e 40mm de altura.

O equipamento utilizado para o ensaio de resistência à compressão foi a prensa da marca INSTRON modelo 5569, e a carga aplicada tinha a velocidade de 0,50 MPa/s utilizando ainda uma rótula de 30mm de diâmetro que foi colocada sob o corpo de prova para garantir o paralelismo das superfícies dos CPs, assim como se observa na Figura 11, esse ensaio também foi realizado na idade de 7 e 28 dias, no NANOTEC.

Figura 11 - Ensaio de resistência à compressão em corpos de prova cilíndricos.



Fonte: Autora.

A resistência à compressão será obtida pela Equação 5:

$$RC = \frac{Fc}{\pi R^2} \quad \text{Equação 5}$$

Onde:

RC = resistência à compressão em megapascal (MPa);

Fc = carga máxima aplicada em Newton (N);

R = raio do cilindro em milímetros (mm).

3.9 ENSAIO DE RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO PRISMÁTICA

O ensaio de resistência à compressão em corpos de prova prismáticos foi realizado na mesma prensa do ensaio de compressão cilíndrica, com a velocidade de 0,50MPa/s, e com o auxílio de duas placas

de 20x20mm, localizadas no centro do CP, na parte superior e inferior, como mostra a Figura 12 a seguir. O ensaio foi realizado aos 7 e 28 dias de idade dos CPS provenientes das metades dos corpos de prova submetidos ao ensaio de resistência a flexão.

Figura 12 - Ensaio de resistência à compressão axial em corpos de prova prismático.



Fonte: Autora.

A resistência à compressão axial foi calculada através da Equação 6 abaixo:

$$RCA = \frac{Fc}{400} \quad \text{Equação 6}$$

Onde:

RCA = resistência à compressão em megapascal (MPa);

Fc = carga máxima aplicada em Newton (N);

400 = área de aplicação da carga (20x20mm).

3.10 ENSAIO DE ÍNDICE DE VAZIOS

Neste ensaio a água tende a ocupar os poros acessíveis dos corpos de prova, ele foi realizado de acordo com a NBR 9778 (2009).

O material restante do ensaio de resistência à flexão foi colocado na estufa e mantido à temperatura de $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ por 72 horas e então registrado a massa do corpo de prova (m_s). Em seguida ele foi imerso em água à $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ e mantido por mais 72 horas.

Ao se completar a etapa de saturação os corpos de prova foram colocados em um recipiente com água e levado à ebulição, sendo mantidos por 5 horas, procurando conservar constante o volume da água do recipiente, e por fim deixando-os esfriar naturalmente até atingir a temperatura de $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$.

Os corpos de prova foram enxutos com pano úmido e sua massa novamente registrada (m_{sat}).

E por fim, utilizou-se uma balança hidrostática para pesar os corpos de prova imersos em água após a fervura.

O cálculo do índice de vazios em porcentagem é dado através da Equação 7:

$$I_v = \frac{m_{\text{sat}} - m_s}{m_{\text{sat}} - m_i} \times 100 \quad \text{Equação 7}$$

Onde:

I_v = índice de vazios em porcentagem (%);

m_{sat} = massa da amostra saturada em água após imersão e fervura em gramas (g);

m_s = massa da amostra seca em estufa em gramas (g).

m_i = massa da amostra saturada imersa em água após fervura (g).

Através desse ensaio é possível então obter a estimativa do percentual dos poros permeáveis dos corpos de prova, o ensaio foi realizado no anexo do Laboratório de Materiais de Construção Civil (LMCC), na UFSC.

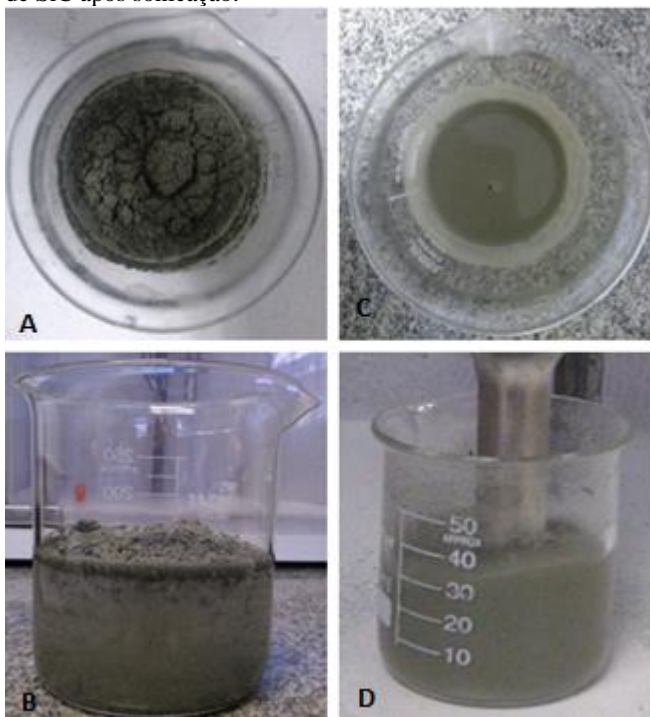
4 APRESENTAÇÃO E ANÁLISE DOS RESULTADOS

4.1 MÉTODO DE DISPERSÃO DOS NANOBASTÕES DE SiC

O uso do sonicador ultrassônico teve como objetivo auxiliar a dispersão dos nanobastões de SiC em água, visando uma maior homogeneização da solução a ser adicionada ao cimento.

Na Figura 13 verifica-se a apresentação dos nanobastões de SiC quando adicionados à água e em seguida a mistura após a sonicação.

Figura 13 A e B - Nanobastões de SiC antes da sonicação; C e D – Nanobastões de SiC após sonicação.



Fonte: Autora.

Observou-se ainda que após o processo de sonicação, os nanobastões não se mantinham por muito tempo espalhados na água, qualquer que fosse o percentual utilizado, com o passar do tempo, eles decantavam, por isso teve-se o cuidado de não demorar para adicionar essa solução ao cimento. Vale ressaltar, que essa análise foi realizada

utilizando e não utilizando o superplastificante com base química de policarboxilato de sódio durante a sonicação, para que fosse verificado se o aditivo manteria a estabilidade da mistura dos nanobastões, porém observou-se que independente do uso do aditivo durante o processo de sonicação, após um certo tempo os nanobastões decantavam da mesma forma.

4.2 ENSAIO DE KANTRO OU MINI ABATIMENTO

Para determinação do espalhamento das pastas foram realizados testes de mini abatimento para verificação do teor de aditivo, a fim de se manter a mesma abertura em todas as formulações tendo como base a pasta referência. Para isso utilizou-se as quantidades de aditivo determinadas na Tabela 16 a seguir, lembrando-se que esse ensaio ocorreu em condições laboratoriais, a temperatura de $23^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$.

Observa-se na Tabela 16, o resultado desse ensaio para as pastas confeccionadas a partir da mistura da água, dos nanobastões de SiC e do aditivo, sonicados. Vale ressaltar que os valores apresentados são resultados da média de 3 medidas diametrais realizadas nas pastas ensaiadas, e para cada teor de nanobastão de SiC, fez-se o ensaio com três percentuais de aditivo diferentes, a fim de se analisar o que mais se aproximava da abertura da pasta referencial.

Tabela 16 - Resultado do ensaio de mini abatimento das pastas confeccionadas sonicando o aditivo.

Teor de nanobastões de SiC					
Teor de Aditivo	Referência	0,25%	0,50%	1,00%	1,50%
0,000%	77,33mm				
0,010%		65,89mm			
0,020%		74,67mm	65,63mm		
0,030%		81,63mm	73,62mm		
0,040%			83,98mm	65,34mm	
0,050%				72,27mm	70,26mm
0,055%				85,52mm	81,36mm
0,060%					89,23mm

Fonte: Autora.

Após esse processo, optou-se por alterar o momento de inserção do aditivo na mistura, e verificar novamente o espalhamento da pasta através do ensaio do mini abatimento.

Foram levados ao sonificador apenas os nanobastões e 95% da água, o restante foi adicionado junto com o aditivo posteriormente, já no processo do agitador mecânico.

Com a pasta recém confeccionada, repetiu-se o ensaio do mini abatimento, cujos resultados seguiram o mesmo padrão anterior e estão na Tabela 17.

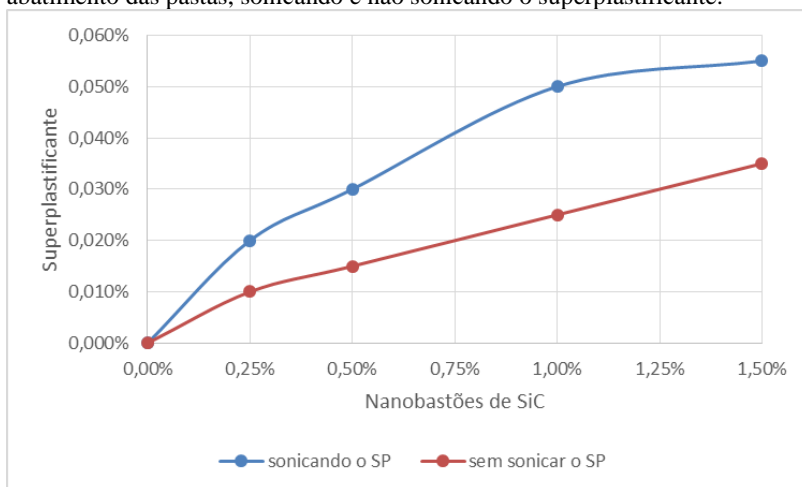
Tabela 17 - Resultado do ensaio de mini abatimento das pastas confeccionadas sem sonicar o aditivo.

Teor de nanobastões de SiC					
Teor de aditivo	Referência	0,25%	0,50%	1,00%	1,50%
0,000%	77,33mm				
0,005%		67,40mm			
0,010%		79,10mm	64,83mm		
0,015%		90,70mm	75,76mm		
0,020%			88,57mm	67,35mm	
0,025%				76,73mm	
0,030%				88,29mm	69,97mm
0,035%					78,93mm
0,040%					86,47mm

Fonte: Autora.

A partir das Tabelas anteriores, foi gerado um gráfico para que as mesmas fossem melhor visualizadas, como segue na Figura 14.

Figura 14 – Teor de superplastificante em função do teor de nanobastões necessário para manter um espalhamento de 77 ± 2 mm no ensaio de mini abatimento das pastas, sonicando e não sonicando o superplastificante.

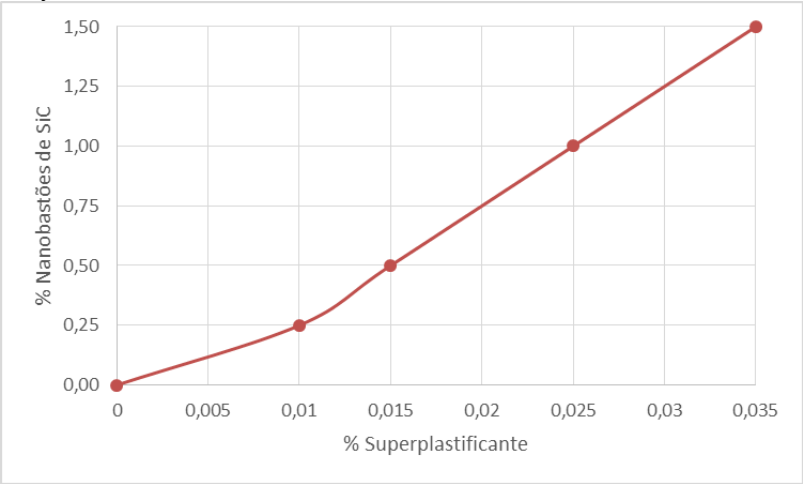


Fonte: Autora.

Verificou-se a partir desses resultados que o processo de inserção do aditivo após a sonicação ultrassônica, culmina em teores menores de superplastificante a base de policarboxilato de sódio para se conseguir o espalhamento pretendido, quando relacionado ao processo de sonicar o aditivo junto com os nanobastões de SiC. Esse fato ocorre porque ao adicionar o superplastificante diretamente ao cimento, sem passar pelo processo de sonicação com os nanobastões de SiC, o aditivo age diretamente na superfície das partículas do cimento causando repulsão estática entre os grãos, melhorando a dispersão do mesmo. Por isso, optou-se por confeccionar as pastas adicionando o superplastificante apenas no momento do misturador mecânico, e não mais no processo da sonicação.

A partir dos resultados da Tabela 17, criou-se um gráfico de Dosagem de Aditivo, para que essa relação pudesse ser melhor visualizada, como verifica-se na Figura 15.

Figura 15 - Curva de dosagem de aditivo x quantidade de nanobastões de SiC,para manter um espalhamento de $77\pm2\text{mm}$ no ensaio de mini abatimento das pastas.



Fonte: Autora.

Na Tabela 18 a seguir, pode ser verificado o resultado das medidas de cada percentual de nanobastões de SiC e de aditivo utilizado na confecção das pastas.

Tabela 18 Resultados do ensaio de mini abatimento das pastas confeccionadas sem sonicar o aditivo.

Composição (Nanobastões de SiC)	Aditivo	Medida 01 (mm)	Medida 02 (mm)	Medida 03 (mm)	Média (mm)	Desvio Padrão (mm)
Referência	-	77,30	77,20	77,50	77,33	0,15
0,25%	0,010%	80,00	78,20	79,10	79,10	0,90
0,50%	0,015%	76,50	74,87	75,90	75,76	0,82
1,00%	0,025%	76,60	76,70	76,90	76,73	0,15
1,50%	0,035%	79,50	78,58	78,70	78,93	0,50

Fonte: Autora.

Constatou-se que o espalhamento das misturas foi próximo ao da referência. Tendo como maior abertura a mistura com 0,25% de nanobastões, sendo apenas 2,29% maior que a referência. A menor abertura foi a pasta com 0,50% de nanobastões, ficando 2,03% menor em relação à pasta referencial, conforme visto na Tabela 18. A partir desses

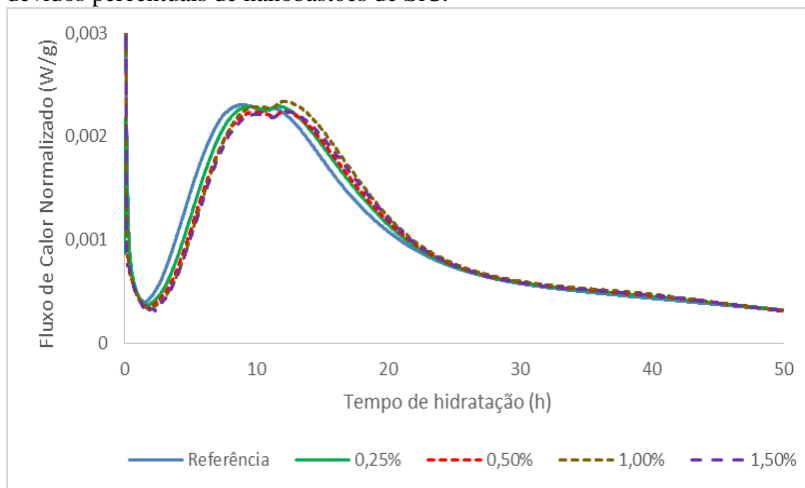
resultados conclui-se que os espalhamentos das pastas ficaram todos próximos a da referência, como se havia proposto inicialmente.

A repetibilidade desse ensaio depende de algumas variáveis externas, como umidade relativa do ar, umidade do vidro que se realiza o ensaio, temperatura ambiente, e outros. Logo o mesmo serviu para definir o percentual de aditivo necessário, que garantisse que as pastas tivessem trabalhabilidade e espalhamento próximos, visando minimizar diferenças no adensamento.

4.3 ENSAIO DE CALORIMETRIA POR CONDUÇÃO

O ensaio de calorimetria por condução teve como objetivo a investigação se a inserção de nanobastões de SiC e o aditivo nas pastas de cimento afetaria ou não o processo de hidratação das mesmas. Apresenta-se na Figura 16 a curva de fluxo de calor gerada a partir da hidratação do cimento das pastas confeccionadas, conforme dados obtidos diretamente do *software* do calorímetro Tam Air.

Figura 16 - Fluxo de calor da pasta referência (azul) e das amostras com seus devidos percentuais de nanobastões de SiC.



Fonte: Autora.

Observa-se que a incorporação de nanobastões de SiC e aditivo nas pastas não promoveu alterações significativas no perfil típico das curvas de fluxo de calor. Em todas as curvas observou-se um pico inicial, o qual foi desconsiderado das análises, seguido de um patamar referente ao

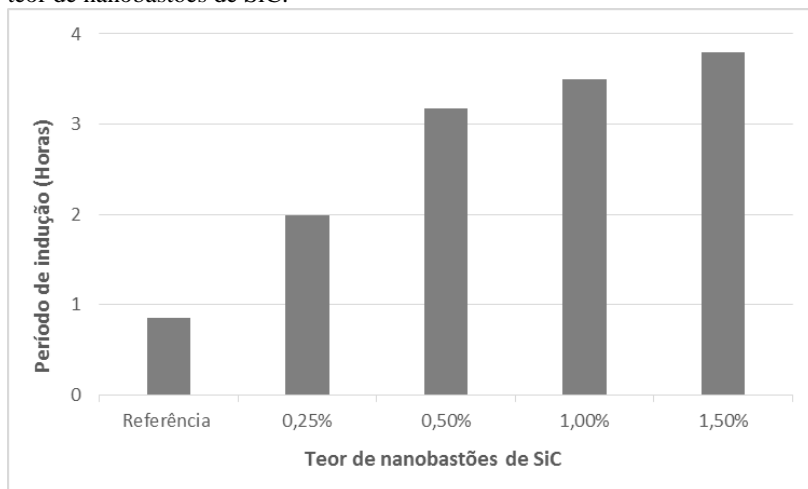
período de indução. O período de aceleração inicia-se logo ao final do período de pós indução, que apresenta configuração arredonda.

A partir das curvas de fluxo de calor, fica evidente que as pastas confeccionadas com nanobastões de SiC apresentaram aumento gradativo no tempo de indução quando comparadas com a referencial, fato esse provavelmente decorrente do uso do superplastificante à base de policarboxilato de sódio, como é detalhado a seguir na Figura 17.

Esse fato também foi comum ao trabalho de Lyra *et al.* (2012), que verificou a partir do ensaio de calorimetria de pastas cimentícias, $a/c=0,38$ contendo policarboxilatos, quanto maior o teor de aditivo adicionado maior foi o tempo de indução no processo de hidratação, e o calor total acumulado após 48 horas de hidratação do cimento das pastas foi reduzindo gradativamente em função do aumento do teor de aditivo, aspecto esse também verificado nessa pesquisa.

Na Figura 17 tem-se o gráfico do período de indução de cada curva, visualizando o tempo em horas que cada formulação demandou para essa fase da hidratação.

Figura 17 - Período de indução das pastas de cimento Portland em função do teor de nanobastões de SiC.

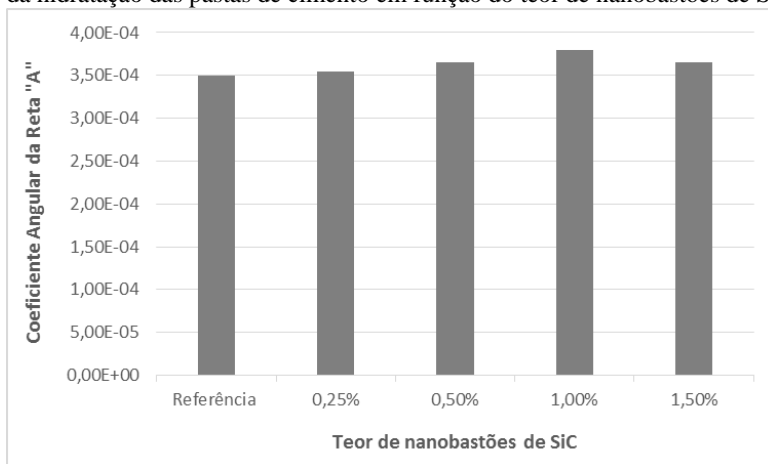


Fonte: Autora.

Gerou-se ainda um gráfico do coeficiente angular das curvas, Figura 18, referente ao período de aceleração das mesmas, e observou-se um aumento da taxa de liberação de calor durante o período de aceleração da hidratação do cimento das pastas com adição de nanobastões de SiC e

aditivo. Ficou evidente que há uma tendência das curvas com nanobastões de SiC apresentarem uma ascendência mais acentuada na curva de fluxo de calor, e isso pode ser devido à um efeito de nucleação heterogênea proveniente da presença dos nanobastões de SiC, porém com a presença do aditivo não se pode ter certeza da interação dos nanobastões com o cimento, portanto não se pode afirmar tal fato.

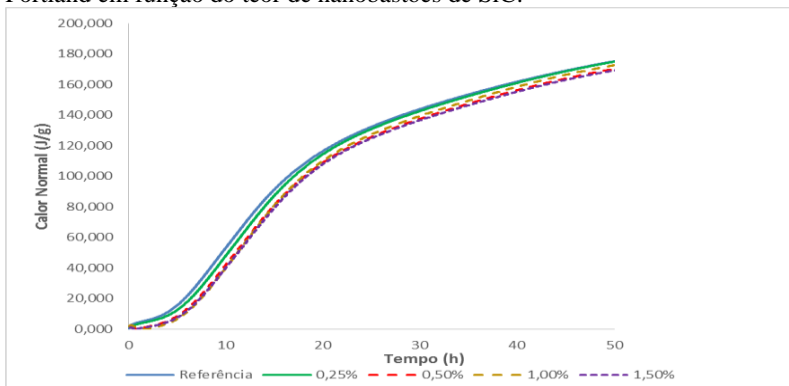
Figura 18 - Coeficiente angular da reta que representa o período de aceleração da hidratação das pastas de cimento em função do teor de nanobastões de SiC.



Fonte: Autora.

A quantidade total de calor liberado foi obtida a partir da curva de fluxo de calor correspondente a hidratação do cimento das pastas confeccionadas, como observa-se a seguir.

Figura 19 - Curvas de calor total liberado na hidratação das pastas de cimento Portland em função do teor de nanobastões de SiC.

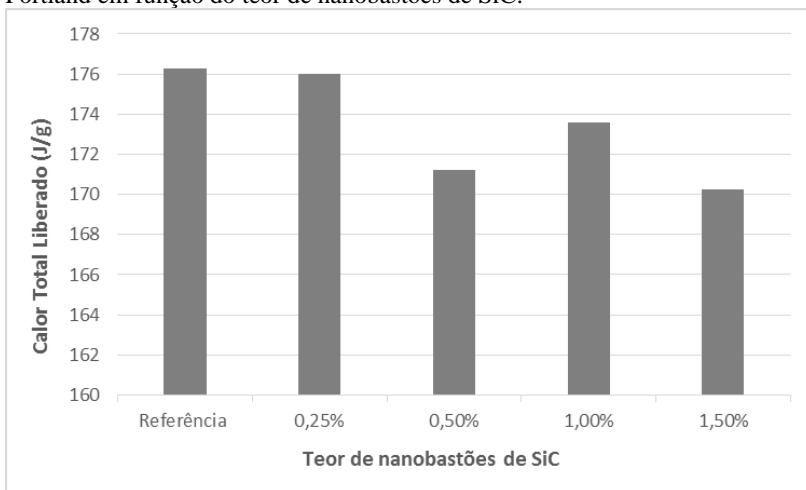


Fonte: Autora.

Houve uma menor liberação de calor para as curvas com nanobastões de SiC e aditivo, porém o perfil da curva manteve-se similar em todos os casos.

O calor total liberado nas primeiras 51 horas de hidratação das pastas de cimento para cada formulação é apresentado na Figura 20.

Figura 20 – Calor total liberado durante a hidratação das pastas de cimento Portland em função do teor de nanobastões de SiC.



Fonte: Autora.

Verifica-se que o calor total acumulado no período de 51 horas apresenta uma tendência de redução em função do aumento do teor de nanobastões de SiC e do aditivo.

Através da análise em conjunto dos dados, verifica-se que apesar da tendência de ascendência mais acentuada no período de aceleração observado nas curvas de fluxo de calor das pastas com presença de nanobastões de SiC e do aditivo, não se pode afirmar que houve uma aceleração no processo de hidratação do cimento, já que existiu um retardo no período de indução das mesmas, e também uma redução no seu calor total liberado, fato esse provavelmente decorrente da presença do superplastificante utilizado.

De acordo com outros trabalhos, como o de Batiston (2012), utilizando nanotubos de carbono e Land e Stephan (2011) utilizando nano sílica em pastas de cimento Portland, pôde se concluir que ambos os nanomateriais promoveram a formação de pontos de nucleação durante a hidratação das pastas, acelerando então esse processo.

Portanto, os nanobastões de SiC também podem ser nanomateriais que promovem nucleação heterogênea na hidratação dos produtos de cimento Portland, porém esse efeito não pôde ser comprovado nesse trabalho por conta do aumento de teor de superplastificante quando se aumentou o teor de nanobastões, que de acordo com estudos acaba por ter um efeito retardador na hidratação do cimento.

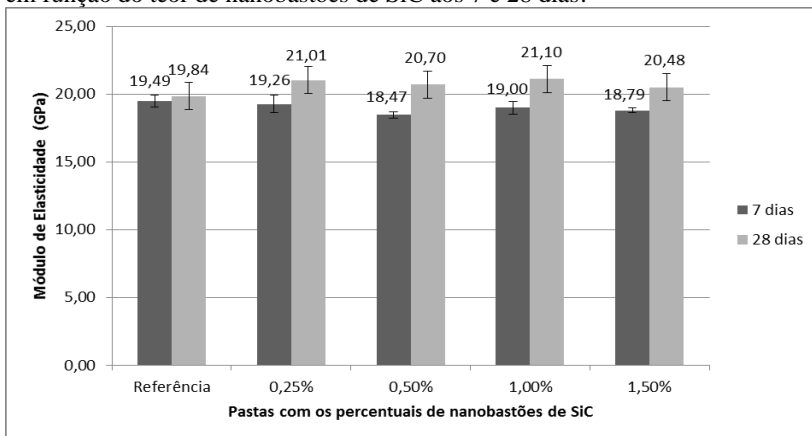
4.4 ENSAIO DE MÓDULO DE ELASTICIDADE DINÂMICO

O ensaio de módulo de elasticidade seguiu a ASTM-E1876 (1999), utilizando em cada idade 3 corpos de prova.

Observa-se no Apêndice 1 as médias de módulo de elasticidade dinâmico e os resultados individuais por corpo de prova para as idades de 7 e 28 dias, respectivamente.

As médias dos módulos de elasticidade são apresentadas na Figura 21. Aos 7 dias todas as pastas apresentaram módulo de Young menor que a referência, sendo a pasta com 0,50% de nanobastões de SiC o menor valor, já na idade de 28 dias todas as formulações que continham nanobastões obtiveram acréscimo no seu módulo de elasticidade, sendo a formulação que continha 1,00% de nanobastões de SiC a de maior resultado.

Figura 21 - Médias do módulo de elasticidade dinâmico das pastas de cimento em função do teor de nanobastões de SiC aos 7 e 28 dias.



Fonte: Autora.

Ao realizar a análise estatística para cada idade, Apêndice 1, verificou-se com 95% de confiança que não existe diferença significativa entre os módulos de elasticidade dinâmico das diferentes composições, em quaisquer idades, pois constatou-se que os resultados das pastas contendo nanobastões aos 7 e aos 28 dias não diferem significativamente da pasta referência. Os resultados são tidos como semelhantes ao da pasta referencial, não sendo possível afirmar que houve acréscimos ou perdas nessa propriedade mecânica.

4.5 ENSAIO DE RESISTÊNCIA À FLEXÃO

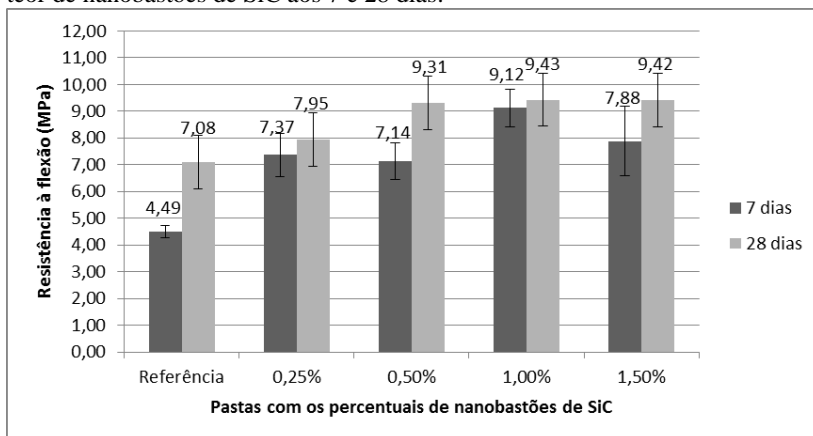
O ensaio de resistência à flexão baseou-se na NBR 13279 (2005) e para sua realização foram utilizados os corpos de prova usados no ensaio de módulo de elasticidade, já que o mesmo foi um ensaio não destrutivo.

No Apêndice 2 apresentam-se as médias de resistência à flexão e os resultados individuais de cada corpo de prova ensaiado nas idades de 7 e 28 dias, respectivamente.

A partir dos resultados, verificou-se que a resistência dos corpos de prova que tiveram adição de nanobastões foi maior, e essa diferença foi significativa em alguns casos quando comparada a referência, reafirmando os resultados obtidos por Yang *et al.* (2005), Yang *et al.* (2007) e Meng *et al.* (2010) que mediram aumento em até 97% nos

compósitos confeccionados com os nanobastões de SiC, os dois primeiros na matriz de SiC e o terceiro em epóxi.

Figura 22 - Médias de resistência à flexão das pastas de cimento em função do teor de nanobastões de SiC aos 7 e 28 dias.



Fonte: Autora.

Todas as pastas que tinham nanobastões de SiC e aditivo em sua composição mostraram aumento na sua resistência à flexão, quando comparadas à referência, tanto na idade de 7 dias quanto na de 28 dias.

Verifica-se ainda que o percentual que mostrou um maior aumento na resistência à flexão nas duas idades, foi a formulação que continha 1,00% de nanobastões de SiC em sua composição, tendo um aumento de 103% aos 7 dias e 33% aos 28 dias.

Ao realizar a análise estatística para cada idade, como verifica-se no Apêndice 2, observa-se que aos 7 dias, com 95% de confiança existe diferença significativa da resistência à flexão da pasta referência e todas as pastas compostas com nanobastões de SiC, como verificado pelo teste de Duncan.

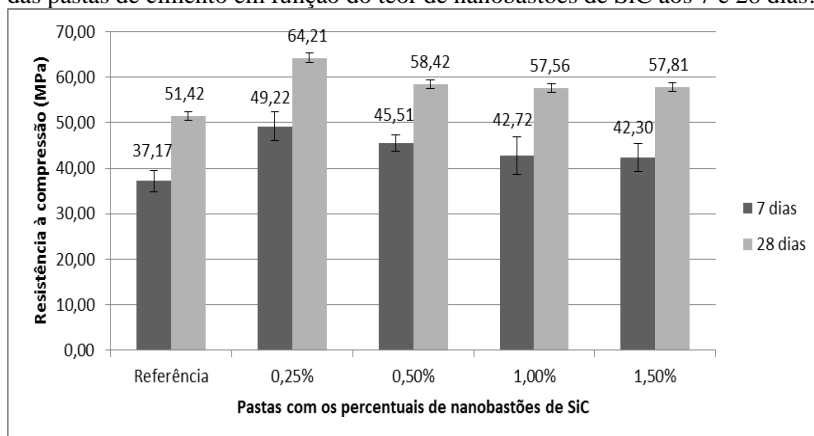
Na idade de 28 dias, de acordo com o teste de Duncan, constatou-se que existe diferença significativa da resistência à flexão entre a pasta referencial e as pastas compostas com 1,00% e 1,50% de nanobastões de SiC.

4.6 ENSAIO DE RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO DOS CORPOS DE PROVA CILÍNDRICOS E PRISMÁTICOS

O ensaio de resistência à compressão dos corpos de prova cilíndricos seguiu as indicações da NBR 7215 (1996), e foi realizado nas idades de 7 e 28 dias dos corpos de prova.

Na Figura 23 verificou-se que todas as misturas com adição de nanobastões de SiC obtiveram acréscimo na resistência (os resultados individuais se encontram no Apêndice 3).

Figura 23 - Médias de resistência à compressão dos corpos de prova cilíndricos das pastas de cimento em função do teor de nanobastões de SiC aos 7 e 28 dias.



Fonte: Autora.

Todas as pastas com inserção de nanobastões de SiC apresentaram resistências superiores quando comparadas ao das pastas referenciais, tanto na idade de 7 quanto 28 dias.

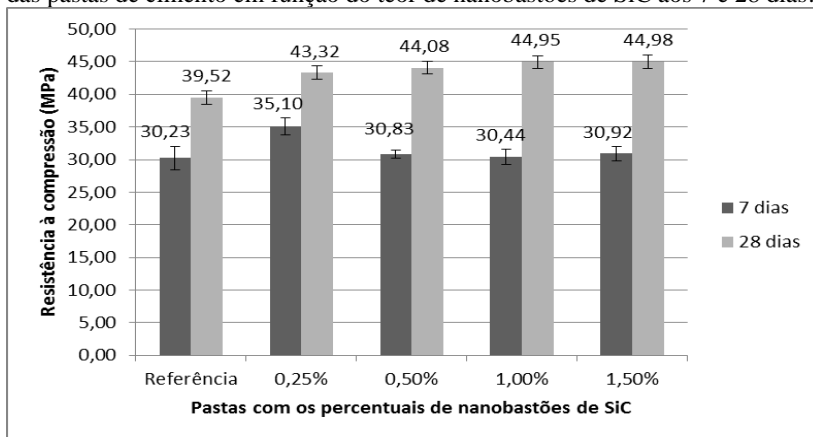
Através da análise de variância, Apêndice 3, pôde-se afirmar, com 95% de confiança, que existem diferenças significativas entre as resistências dos corpos de prova cilíndricos aos 7 dias de idade. E de acordo com o teste de Duncan essa diferença se encontra entre a referência e todas as outras pastas que possuem nanobastões de SiC em sua composição.

Na idade de 28 dias de acordo com o teste de Duncan, constatou-se que existe diferença significativa entre as resistências à compressão dos corpos de prova cilíndricos da pasta referencial e das pastas contendo 0,25% e 0,50% de nanobastões de SiC.

O aumento na resistência à compressão dos corpos de prova contendo os nanobastões de SiC se dá principalmente pelo tamanho e forma das nanofibras, comportando-se como pontes de transferência de tensões, auxiliando com isso o impedimento da propagação de microfissuras em seu interior.

O ensaio de resistência à compressão dos corpos de prova prismáticos foi realizado baseado na NBR 13279 (2005), que sugere o rompimento de partes provenientes dos corpos de prova usados no ensaio de resistência à flexão. No Apêndice 4, verificam-se os resultados individuais da resistência à compressão dos corpos de prova na idade de 7 e 28 dias, assim como na Figura 24, as médias das resistências.

Figura 24 - Médias de resistência à compressão dos corpos de prova prismáticos das pastas de cimento em função do teor de nanobastões de SiC aos 7 e 28 dias.



Fonte: Autora.

Verifica-se que todas as pastas com adição de nanobastões de SiC em sua composição, obtiveram aumento na resistência, tanto na idade de 7 dias, quando na idade de 28 dias, tendo em alguns casos acréscimos bastante significativos.

Constatou-se através de Teste de Duncan, Apêndice 4, com 95% de confiança, que existe diferença significativa entre as resistências dos corpos de prova referência e da pasta com o percentual de 0,25% de nanobastões de SiC em sua composição, aos 7 dias de idade.

Quanto a análise aos 28 dias de idade, verificou-se que existe diferença significativa entre as resistências da pasta referencial e as pastas com 1,00% e 1,50% de nanobastões de SiC.

Assim como nas demais resistências mecânicas anteriores, esse aumento na resistência à compressão pode estar ligado à redução da porosidade da estrutura das pastas, proveniente da presença dos nanobastões, reforçando ainda mais a possibilidade de que sua presença na estrutura cimentícia melhore o comportamento à compressão, como já citado anteriormente.

4.6.1 Efeito do tamanho e forma do corpo de prova na resistência à compressão das pastas

Através dos resultados anteriores, verificou-se que os resultados de resistência à compressão para os corpos de prova 20x20mm prismáticos foram todos inferiores aos resultados dos corpos de prova 20x40mm cilíndricos.

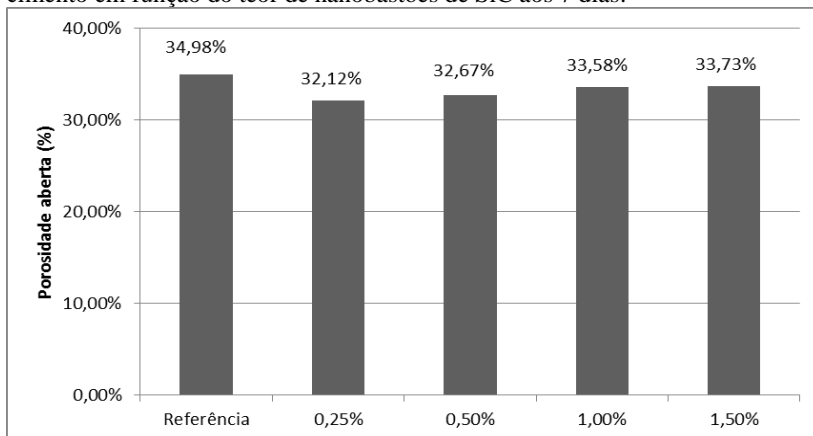
Entretanto, de acordo com alguns autores Neville (1997); Young; Bentur; Mindess (1998); Aitcin (2000), para concretos de cimento Portland até 50 MPa de resistência à compressão, reduzindo a relação altura/diâmetro dos corpos de prova de 2 para 1, a resistência à compressão se eleva em até 20%. A diferença nos resultados obtidos nesse trabalho, pode estar relacionado à produção de microfissuras nos corpos de prova, provenientes do ensaio de resistência à flexão, podendo com isso estar reduzindo a resistência à compressão dos corpos de prova prismáticos, assim como verificado por Oliveira, Gleize e Roman (2003), em argamassas de cimento Portland com baixa relação água/cimento.

4.7 ENSAIO DE ÍNDICE DE VAZIOS

O ensaio de índice de vazios por imersão em água foi realizado aos 7 dias utilizando-se a metade dos corpos de prova prismáticos que foram ensaiados à flexão, tendo como dimensões aproximadas de 50x20x20mm.

O ensaio foi realizado de acordo com as indicações da NBR 9778 (2009). No Apêndice V observa-se as médias obtidas para os corpos de prova com os diferentes percentuais de nanobastões de SiC e aditivo, nas diversas situações que a norma solicitada, e na Figura 25, verifica-se os resultados dos percentuais da porosidade aberta obtidos para as pastas confeccionadas.

Figura 25 - Percentual do índice de vazios dos corpos de prova das pastas de cimento em função do teor de nanobastões de SiC aos 7 dias.



Fonte: Autora.

Os resultados do ensaio da determinação da porosidade aberta indicam uma redução da porosidade de todas as pastas confeccionadas com nanobastões de SiC e superplastificante em relação a pasta referencial, e isso pode ser atribuído à presença dos nanobastões de SiC e ao seu possível efeito de densificar a pasta de cimento Portland.

Vale lembrar que de acordo com Figueiredo, *et al.* (2014), a medida da porosidade aberta obtida através do ensaio de absorção por imersão em água é um resultado limitado, pois ele se atém a um dado absoluto do índice de vazios da pasta.

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Neste trabalho foram produzidas pastas de cimento Portland com diferentes teores de nanobastões de SiC, avaliando-se algumas propriedades mecânicas das mesmas.

Os resultados observados demonstraram que as incorporações de nanobastões de SiC aumentaram as resistências à flexão e à compressão das pastas de cimento Portland, sem alterar significativamente a propriedade do módulo de elasticidade das mesmas. Na resistência à flexão, observou-se melhores resultados para os percentuais 1,00% e 1,50% de nanobastões de SiC que foram inseridos nas pastas. Já em relação à resistência à compressão, os melhores resultados foram provenientes dos percentuais 0,25% e 0,50% de nanobastões de SiC.

No que diz respeito ao processo de dispersão por sonicação, observou-se que os nanobastões acabavam por decantar após um período. Por conta disso, pode-se afirmar que o método utilizado talvez não tenha sido tão eficaz para uma completa dispersão dos mesmos em meio aquoso, apesar de visivelmente não haver a presença de gomos no final da sonicação. Ressalta-se que por falta de estudos de métodos de dispersão dos nanobastões de SiC, optou-se pela escolha da sonicação, devido a estudos anteriormente realizados com nanotubos de carbono, dos quais se tem conhecimento da sua eficiência e estabilidade.

Apesar da dificuldade de manter os nanobastões de SiC estáveis em meio aquoso após o processo de sonicação, a eficiência da incorporação desse nanomaterial pode ter se dado por conta do seu reduzido tamanho, o que facilitou ser aderido à matriz cimentícia e com isso atuar como obstáculos de propagação de fissuras, tendo assim acréscimos nas resistências mecânicas das pastas endurecidas.

No ensaio de calorimetria verificou-se que os nanobastões de SiC podem ser materiais que promovem pontos de nucleação heterogênea, assim como os nanotubos de carbono e a nanosílica, porém esse fato não pode ser evidenciado com clareza, uma vez que a hidratação das pastas sofreu grande influência da utilização do superplastificante, com teor crescente à medida que se aumentou a inserção de nanobastões de SiC, proporcionando um aumento no período de indução, e reduzindo o calor total acumulado na hidratação do cimento das pastas.

Observou-se ainda uma tendência na redução do índice de vazios da pasta de cimento hidratado causada pela presença dos nanobastões de SiC. O ganho de resistência à compressão que as pastas com nanobastões de SiC apresentaram, pode estar ligado a essa redução no percentual do índice de vazios obtida.

De acordo com as propriedades mecânicas analisadas, os nanobastões de SiC mostraram-se eficientes no reforço de pastas de cimento Portland, ressaltando que os maiores ganhos dessas propriedades se encontraram nas primeiras idades. Porém a dispersão dos mesmos ainda deve ser melhorada, para que se possa ter condições de aferir de forma mais correta sua real influência e sua viabilidade como reforço em matrizes cimentícias.

Ressalta-se ainda que a incorporação de nanomateriais por si só não é suficiente para que as propriedades da estrutura cimentícia sejam controladas, faz-se necessário a investigação mais detalhada dessa estrutura e de como pode ser melhorada essa interação.

5.1 RECOMENDAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Apesar deste trabalho ter atingido o seu principal objetivo, algumas limitações ainda podem ser analisadas em trabalhos futuros, de modo a enriquecer o campo de pesquisa abordado. Entre os tópicos que podem ser pesquisados como continuidade deste trabalho estão:

- Buscar alternativas de dispersão dos nanobastões de SiC, de modo a conseguir um método que eles se mantenham estabilizados;
- Verificar a potencialidade nos nanobastões de SiC em promover nucleação heterogênea através da análise da calorimetria de pastas confeccionadas apenas com nanobastões de SiC, sem o uso de aditivos e realizar também os ensaios de resistência mecânica para posterior comparação;
- Avaliar o efeito dos nanobastões de SiC na estrutura porosa das pastas de cimento Portland;
- Desenvolver um estudo mais completo da interação dos nanobastões de SiC na matriz cimentícia, por meio de propriedades reológicas, tais como viscosidade, tensão de cisalhamento, tensão de escoamento, entre outras.

REFERÊNCIAS

- ABNT. **Norma Brasileira 7215:1996 Cimento Portland – Determinação da resistência à compressão**. Rio de Janeiro, p. 8. 1996.
- _____. **Norma Brasileira 9778:2009 Argamassa e concreto endurecidos - Determinação da absorção de água, índice de vazios e massa específica**. Rio de Janeiro, p. 8. 2009.
- _____. **Norma Brasileira 13279:2005 Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – Determinação da resistência à tração na flexão e à compressão**. Rio de Janeiro, p.9. 2005.
- ACI. **Cementitious materials for concrete**. [S.l.]. 2001.
- AGARWAL, A.; SADDOW, S. E. **Advances in Silicon Carbide Processing and Application**. New York: Artech House INC, v. 1, 2004.
- AITCIN, P. C. **Concreto de alto desempenho**. São Paulo. PINI, 2000.
- AITCIN, P. C. **Produzindo concreto de alto desempenho com ar incorporado**. Concreto de alto desempenho. [S.l.]: PINI, 2000. Cap. 9.7, p. 316-318.
- ANDRIEVSKI, R. A. Synthesis, structure and properties of nanosized silicon carbide. **Reviews on Advanced Materials Science**, Chernogolovka, 22, 2009. 1-20.
- ASTM – American Society for Testing and Materials. **ASTM E2456-06 – Standard terminology relating to nanotechnology**. 2012.
- ATCP ENGENHARIA FÍSICA. **Impulse Excitation Technique [Técnica de excitação por impulso]**. **ATCP Engenharia Física**, 2014. Disponível em: <<http://www.atcp.com.br/pt/produtos/caracterizacao-materiais/sonelastic/tecnica-excitacao-impulso.html>>. Acesso em: 27 Março 2014.
- AYATOLLAHI, M. R. et al. Effect of multi-walled carbon nanotube aspect ratio on mechanical and electrical properties of epoxy-based nanocomposites. **Polym Test**, 30, 2011. 548–556.
- AZOUBEL, S.; MAGDASSI, S. The formation of carbon nanotube dispersions by high pressure homogenization and their rapid characterization by analytical centrifuge. **Carbon** 48, 2010. 3346-3352.

BAI, C. The Advancement of Nanoscience and Nanotechnology in China. **Science Progress in China**, 2003. 175-188.

BALAGURU, P.; CHONG, K. **Nanotechnology and concrete**: Research opportunities. Nanotechnology of Concrete: Recent Developments and Future Perspectives. Denver: [s.n.]. 2006. p. 15-28.

BANSAL, N. P. **Handbook of Ceramic Composites**. Boston: Kluwer Academic Publishers, 2005.

BASTOS, P. S. S. **Análise experimental de dormentes de concreto protendido reforçados com fibras de aço**. Escola de Engenharia de São Carlos. São Carlos. 1999.

BATISTON, E. R. **Estudo Exploratório dos Efeitos de Nanotubos de Carbono em Matrizes de Cimento Portland**. UFSC. Florianópolis, p. 80. 2007.

BATISTON, E. R. **Incorporação de Nanotubos de Carbono em Matriz de Cimento Portland**. Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, p. 134. 2012.

BERTRAM, B. D.; GERHARDT, R. A. Properties and Applications of Ceramic Composites Containing Silicon Carbide Whiskers. In: GERHARDT, R. **Properties and applications of silicon carbide**. [S.l.]: Intech, 2011. Cap. 9, p. 197-231.

CAMBAZ, G. Z. et al. Anisotropic Etching of SiC Whiskers. **Nano Letters**, 6, 2006. 548-551.

CHEN, K. et al. Synthesis of SiC nanowires by thermal evaporation method without catalyst assistant. **Ceramics International**, 39, 2013. 1957–1962.

CHIEW, Y. L.; CHEONG, K. Y. A review on the synthesis of SiC from plant-based biomasses. **Materials Science and Engineering B**, 176, 2011. 951– 964.

CIMENTO ITAMBÉ. Origem do Cimento. **Cimento Itambe**, 2008. Disponível em: <<http://www.cimentoitambe.com.br/origem-do-cimento/>>. Acesso em: 09 Outubro 2013.

CIMENTO ITAMBÉ. Relatórios de Ensaio - Dezembro 2013. **Cimento Itambé**, 2013. Disponível em: <<http://www.cimentoitambe.com.br/relatorios-de-ensaio/?pro=368&chave=2013-12>>. Acesso em: 11 Março 2014.

COHEN, M. L. Nanotubes, Nanoscience, and Nanotechnology. **Materials Science and Engineering C**, 15, 2001. 1–11.

CONSTANTINIDES, G.; ULM, F. J. The nanogranular nature of C–S–H. **Journal of the mechanics and physics of solid**, 55, 2007. 64–90.

COSTA, R. M. **Análise de Propriedades Mecânicas do Concreto Deteriorado pela Ação de Sulfato Mediante Utilização do UPV**. Universidade Federal de Minas Gerais. Belo Horizonte, p. 225. 2004.

DE IBARRA, Y. S. et al. Atomic force microscopy and nanoindentation of cement pastes with nanotube dispersions. **Physica Status Solidi**, 203, 2006. 1076–1081.

DHAGE, S. et al. Formation of SiC nanowhiskers by carbothermic reduction of silica with activated carbon. **Materials Letters**, 63, 2009. 174–176.

DIAMOND, S. Aspects of concrete porosity revisited. **Cement and Concrete Research**, 29, 1999. 1181–1188.

DJOUANI, F. et al. Cement paste–epoxy adhesive interactions. **Construction and Building Materials**, 25, 2011. 411–423.

EITAN, A. et al. Surface Modification of Multiwalled Carbon Nanotubes: Toward the Tailoring of the Interface in Polymer Composites. **Chemistry of Materials**, 15, 2003. 3198–3201.

FELDMAN, R. F.; SEREDA, P. J. A new model for hydrated Portland Cement and its practical implications. **Engineering Journal**, 53, 1970. 53–59.

FIGUEIREDO, C. P. et al. O papel do metacaulim na proteção dos concretos contra a ação deletéria de cloretos. **Estruturas e Materiais**. 1. ed. São Paulo: IBRACON, v. 7, 2014, p. 685–708.

GAO, Y. H. et al. SiC nanorods prepared from SiO and activated carbon. **Journal of Materials Science**, 37, 2002. 2023–2029.

GARTNER, E. M. et al. Hydration of Portland cement. In: _____ **Structure and Performance of Cement**. [S.l.]: J. Bensted and P. Barnes, v. 2, 1983. Cap. 3, p. 237–318.

GLEIZE, P. J. P. Nanociência e Nanotecnologia dos Materiais Cimentícios. In: ISAIA, G. C. **Concreto: Ciência e Tecnologia**. 1. ed. São Paulo: IBRACON, v. 2, 2011. Cap. 51, p. 1871–1884.

HAN, W. et al. Continuous synthesis and characterization of silicon carbide nanorods. **Chemical Physics Letters**, 265, 1997. 374-378.

HARTMANN, C. T. **Avaliação de aditivos superplastificantes base policarboxilatos destinados a concretos de cimento Portland**. 2002. 210 f. Dissertação de Mestrado em Engenharia – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo.

HOUSE, J. E. **Inorganic Chemistry**. [S.l.]: [s.n.], 2008. 837 p.

HU, Y. et al. Fracture toughness enhancement of cement paste with multi-walled carbon nanotubes. **Construction and Building Materials**, 70, 2014. 332-338.

KANG, P. et al. Synthesis of SiO₂ covered SiC nanowires with milled Si₃N₄ nanopowders. **Materials Letters**, 65, 2011. 3461–3464.

KELINA, I. Y.; ERSHOVA, N. I.; PLYASUNKOVA, L. A. Effect of reinforcement of a silicon nitride matrix by silicon carbide whiskers. **Refractories and Industrial Ceramics**, 41, 2000. 300-305.

KONSTA, M. S.; METAXA, Z. S.; SHAH, S. P. Highly dispersed carbon nanotube reinforced cement based materials. **Cement and Concrete Research**, 40, 2010. 1052–1059.

KONSTA-GDOUTOS, M. S.; SHAH, S. P. Preface to special issue on: Nanotechnology in construction. **Cement & Concrete Composites**, 36, 2013. 1-2.

KUDER, K. G. et al. Rheology of fiber-reinforced cementitious materials. **Cement and Concrete Research**, 37, 2007. 191-199.

LAI, H. L. et al. Straight -SiC nanorods synthesized by using C–Si–SiO₂. **Applied Physics Letters**, 76, 2000. 294.

LAND, G.; STEPHAN, D. The influence of nano-silica on the hydration of ordinary Portland cement. **Journal of Materials Science**, 47, 2012. 1011-1-17.

LI, H. et al. Microstructure of cement mortar with nano-particles. **Composites: Part B**, 35, 2004. 185–189.

LIANG, C. H. et al. Large-scale synthesis of b-SiC nanowires by using mesoporous silica embedded with Fe nanoparticles. **Chemical Physics Letters**, 329, 2000. 323-328.

LIU, G. Nanofibers. **Advanced Materials**, 5, 1997. 437-439.

LIU, Z. et al. Supramolecular chemistry on water-soluble carbon nanotubes for drug loading and delivery. **American Chemical Society Nano**, California, v. 1, p. 50-56, 2007.

LU, K. L. et al. Mechanical damage of carbon nanotubes by ultrasound. **Carbon**, p. 814-816, 1996.

LUNING, J. et al. Electronic structure of silicon carbide polytypes studied by soft x-ray spectroscopy. **Physical Review B**, 59, 1999.

LYRA, J. S. et al. Consolidação de pastas cimentícias contendo policarboxilatos um estudo calorimétrico e reológico. **Cerâmica**, 58, 2012. 137-143.

MACÉA. Carbetto de silício - SiC. **Macéa Cerâmica Técnica LTDA.**, 2014. Disponível em: <<http://www.macea.com.br/materiais/carbeto-de-silicio-sic/>>. Acesso em: 02 Maio 2014.

MAKAR, J. M.; CHAN, G. W. Growth of Cement Hydration Products on Single-Walled Carbon Nanotubes. **Journal of the American Ceramic Society**, 92, 2009. 1303-1310.

MAMALIS, A. G.; VOGTLANDER, L. O. G.; MARKOPOULOS, A. Nanotechnology and nanostructured materials: trends in carbon nanotubes. **Precision Engineering**, 28, 2004. 16-30.

MANN, S. **Nanotechnology and Construction**. Institute of Nanotechnology. [S.l.], p. 55. 2006.

MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. **Concreto: Estrutura, Propriedades e Materiais**. 1ª. ed. [S.l.]: Pini, 1994.

MÉLINON, P. et al. Playing with carbon and silicon at the nanoscale. **Nature Materials**, v. 6, p. 463-538, 2007. ISSN 7.

MENG, S. et al. Tailoring and application of SiC nanowires in composites. **Materials Science and Engineering A**, 527, 2010. 5761-5765.

METAXA, Z. S.; KONSTA-GDOUTOS, M. S.; SHAH, S. P. Carbon nanofiber cementitious composites: Effect of debulking procedure on

dispersion and reinforcing efficiency. **Cement & Concrete Composites**, 36, 2013. 25-32.

MISHRA, S. B. et al. Growth of silicon carbide nanorods from the hybrid of lignin and polysiloxane sol-gel process and polymer blend technique. **Materials Letters**, 63, 2009. 2449–245.

MONDAL, P. **Nanomechanical Properties of Cementitious Materials**. EVANSTON, p. 1-185. 2008.

MONDAL, P.; SHAH, S. P.; MARKS, L. A reliable technique to determine the local mechanical properties at the nanoscale for cementitious materials. **Cement and Concrete Research**, 37, 2007. 1440–1444.

MONTAZERI, A.; CHITSAZZADEH, M. Effect of sonication parameters on the mechanical properties of multi-walled carbon nanotube/epoxy composites. **Materials and Design**, 56, 2014. 500-508.

MORSY, M. S.; ALSAYED, S. H.; AQEL, M. Hybrid effect of carbon nanotube and nano-clay on physico-mechanical properties of cement mortar. **Construction and Building Materials**, 25, 2011. 145–149.

NANOSTRUCTURED & AMORPHOUS MATERIALS, INC. Silicon Carbide Nanowhisker (beta SiC, 99+%). Disponível em: <<http://www.nanoamor.com/inc/sdetail/25956>>. Acesso em: 11 Março 2014.

NEVILLE, A. M. **Propriedades do Concreto**. 2ª. ed. [S.l.]: Pini, 1997. 828 p.

NING, J. et al. Surfactants assisted processing of carbon nanotube-reinforced SiO₂ matrix composites. **Ceramics International**, 30, 2004. 63-67.

ODLER, I. Hydration, Setting and Hardening of Portland Cement. In: _____ **Lea's Chemistry of Cement and Concrete**. 4. ed. [S.l.]: Butterworth Heinemann, 2003. Cap. 6, p. 241-297.

OHAMA, Y. Recent progress in concrete-polymer composites. **Advanced cement based materials**, 1997. 31-40.

OLIVEIRA, M. L. L., GLEIZE, P. J. P., ROMAN, H. R. Ensaio de resistência à compressão em argamassas: NBR vs RILEM In: **V Simpósio Brasileiro de Tecnologias das Argamassas**, São Paulo, 2003.

PACEWSKA, B.; WILINSKA, I. Hydration of Cement Composites Containing Large Amount of Waste. **Procedia Engineering**, 57, 2013. 53-62.

PATNAIK, P. **Handbook of Inorganic Chemicals**. [S.l.]: The McGraw-Hill Companies, 2002. 1125 p.

PAWLENKO, S. **Organosilicon Chemistry**. New York: Walter de Gruyter & Co, 1986. 7-8 p.

PENG, H. Y. et al. Microstructure observations of silicon carbide nanorods. **Journal of materials research**, 15, 2000. 2020-2026.

PLASSARD, C. et al. Investigation of the surface structure and elastic properties of calcium silicate hydrates at the nanoscale. **Ultramicroscopy**, 100, 2004. 331-338.

POKROPIVNYI, V. V.; SILENKO, P. M. Silicon carbide nanotubes and nanotubular fibers: synthesis, stability, structure, and classification. **Theoretical and Experimental Chemistry**, 42, 2006. 3-15.

POL, V. G. et al. Thermal Decomposition of Commercial Silicone Oil to Produce High Yield High Surface Area SiC Nanorods. **Journal of Physical Chemistry**, 110, 2006. 11237-11240.

QIANG, X. et al. Synthesis and Ramanscattering of SiC nanowires decorated with SiC polycrystalline nanoparticles. **Materials Letters**, 107, 2013. 315-317.

QUARCIONI, V. A.; **Influência da cal hidratada nas idades iniciais da hidratação do cimento Portland – Estudo em pasta**. 2008. 172 f. Tese de Doutorado em Engenharia – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo.

QUERCIA, G. et al. Characterization of morphology and texture of several amorphous nano-silica particles used in concrete. **Cement and Concrete Composites**, 44, 2013. 77-92.

RAKI, L. et al. Cement and Concrete Nanoscience and Nanotechnology. **Materials**, 3, 2010. 918-942.

RHEOSET. Ficha de Informações de Segurança de Produtos Químicos. **Rheoset soluções em Concreto e Produtos para a Construção Civil**, 2010. Disponível em:
<<http://www.rheoset.com.br/hotsite/fispqs/TECFLOW8000.pdf>>.
Acesso em: 11 Março 2014.

ROSA, A. T. **Investigação da Interface entre Filmes Dielétricos Crescidos Termicamente e o Carbetto de Silício Monocristalino com Potencial Uso em Microeletrônica**. Dissertação de Mestrado.

Programa de pós graduação em microeletrônica. UFRGS. [S.l.], p. 74. 2012.

SAULIG-WENGER, K. et al. Direct synthesis of b-SiC and h-BN coated b-SiC nanowires. **Solid State Communications**, 124, 2002. 157-161.

SHA, W.; PEREIRA, G. B. Differential Scanning Calorimetry Study of Ordinary Portland Cement Paste Containing Metakaolin and Theoretical Approach of Metakaolin Activity. **Cement and Concrete Composites**, 23, 2001. 455-461.

SHEKARI, A. H.; RAZZAGHI, M. S. Influence of nano particles on durability and mechanical properties of high performance concrete. **Procedia Engineering**, 14, 2011. 3036-3041.

SINGH, L. P. et al. Beneficial role of nanosilica in cement based materials – A review. **Construction and Building Materials**, 47, 2013. 1069–1077.

SOBOLKINA, A. et al. Dispersion of carbon nanotubes and its influence on the mechanical properties of the cement matrix. **Cement & Concrete Composites**, 34, 2012. 1104-113.

SONICS & MATERIALS, INC. Liquid Processing, 2006. Disponível em: <<http://www.sonics.com/liquid-new-sheet/VCX500-750.pdf>>. Acesso em: 11 Março 2014.

STEFAN, L. et al. Prediction of elastic properties of cement pastes at early ages. **Computational Materials Science**, 47, 2010. 775–784.

SUN, Y. et al. Functionalized carbon nanotubes: properties and applications. **Accounts of chemical research**, 35, 2002. 1096-1104.

TANG, C. C. et al. Growth of SiC nanorods prepared by carbon nanotubes-con"ned reaction. **Journal of Crystal Growth**, 210, 2000. 595-599.

TASIS, D. et al. Chemistry of carbon nanotubes. **Chemical Reviews**, 106, 2006. 1105-1136.

TAYLOR, F. W. **Cement chemistry**. 2. ed. University of Aberdeen: [s.n.], 1997.

TAYLOR, H. F. W. **Cement Chemistry**. London: Academic Press Limited, 1990.

TAYLOR, J. M. **New Dimensions for Manufacturing A UK Strategy for Nanotechnology**. [S.l.], p. 76. 2002.

THOSTENSON, E. T.; REN, Z.; CHOU, T. W. Advances in the science and technology of carbon nanotubes and their composites: a review. **Composites Science and Technology**, 61, 2001. 1899–1912.

VALORI, A. **Characterisation of cementitious materials by H NMR**. Surrey, p. 195. 2009.

WALLENBERGER, F. T. **Advanced Inorganic Fibers: Processes, Structures, Properties, Applications**. London: Kluwer Academic Publishers, 2000. Materials Technology Series.

WANG, B.; HAN, Y.; LIU, S. Effect of highly dispersed carbon nanotubes on the flexural toughness of cement-based composites. **Construction and Building Materials**, 46, 2013. 8-12.

WONG, E. W.; SHEEHAN, P. E.; LIEBER, C. M. Nanobeam Mechanics: Elasticity, Strength, and Toughness of Nanorods and Nanotubes. **Science**, 277, 1997.

WU, Y. J. et al. Preparation of high-quality β -SiC nanowhiskers by using carbon fibres as carbon source. **Journal of Materials Science**, 39, 2004. 5563 – 5565.

WU, Y. J. et al. Synthesis of h-SiC nanowhiskers by high temperature evaporation of solid reactants. **Materials Letters**, 58, 2004. 2295–2298.

YANG, T.; KELLER, B.; MAGYARI, E. AFM investigation of cement paste in humid air at different relative humidities. **Journal of Physics D: Applied Physics**, 35, 2002. 25-28.

YANG, W. et al. In situ synthesis and characterization of pure SiC nanowires on silicon wafer. **Applied Surface Science**, 241, 2005. 236–240.

YANG, W. et al. Single-crystal SiC nanowires with a thin carbon coating for stronger tougher ceramic composites. **Advanced Materials**, 17, 2005. 1519-1523.

YANG, W. et al. The effect of SiC nanowires on the flexural properties of CVI-SiC/SiC composites. **Journal of Nuclear Materials**, 367–370, 2007. 708–712.

YANG, Z.; XIA, Y.; MOKAYA, R. High Surface Area Silicon Carbide Whiskers and Nanotubes Nanocast Using Mesoporous Silica. **Chemistry of Materials**, 16, 2004. 3877-3884.

YOUNG, J. F.; BENTUR, A.; MINDESS, S. The science and technology of civil engineering materials. 1998.

ZEKENTES, K.; ROGDAKIS, K. SiC nanowires: material and devices. **Journal of Physics D: Applied Physics** **44**, 13, 2011.

ZHANG, Y. et al. Synthesis of SiC nanorods using floating catalyst. **Solid State Communications**, 118, 2001. 595-598.

ZHOU, X. T. et al. Thin b-SiC nanorods and their field emission properties. **Chemical Physics Letters**, 318, 2000. 58-62.

ZHU, J. et al. Syntheses and Growth Mechanisms of 3C-SiC Nanostructures from Carbon and Silicon Powders. **Journal of Nanoscience and Nanotechnology**, 9, 2009. 6648–6654.

ZHU, W.; BARTOS, P. J. M.; PORRO, A. Application of nanotechnology in construction Summary of a state-of-the-art report. **Materials and Structures**, 37, 2004. 649-658.

ZYGANITIDIS, I. et al. Nanomechanical characterization of cement-based pastes enriched with SiO₂ nanoparticles. **Materials Science and Engineering B**, 176, 2011. 1580– 1584.

APÊNDICE

APÊNDICE I – RESULTADOS DO MÓDULO DE ELASTICIDADE DAS PASTAS E ANÁLISE DE VARIÂNCIA

Tabela 19 - Resultado do módulo de elasticidade das pastas na idade de 7 dias.

Composição	Módulo de elasticidade 7 dias (GPa)			Médias (GPa)	Desvio Padrão (GPa)	Coef. Var. (%)
	CP1	CP2	CP3			
Referência	19,39	19,99	19,10	19,49	0,45	2,33
0,25%	18,52	19,64	19,61	19,26	0,64	3,32
0,50%	18,40	18,72	18,28	18,47	0,23	1,24
1,00%	19,49	18,57	18,94	19,00	0,46	2,42
1,50%	18,58	18,91	18,87	18,79	0,18	0,95

Fonte: Autora.

Tabela 20 - Análise de variância entre os resultados de módulo de elasticidade dos corpos de prova na idade de 7 dias.

ANOVA						
Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	1,91762667	4	0,479407	2,629095	0,098017	3,47805
Dentro dos grupos	1,82346667	10	0,182347			
Total	3,74109333	14				

Fonte: Autora.

Tabela 21 - Resultado do módulo de elasticidade das pastas na idade de 28 dias.

Composição	Módulo de elasticidade 28 dias (GPa)			Médias (GPa)	Desvio Padrão (GPa)	Coef. Var. (%)
	CP1	CP2	CP3			
Referência	20,36	19,42	19,74	19,84	0,48	2,40
0,25%	20,71	21,62	20,71	21,01	0,53	2,52
0,50%	20,71	20,92	20,47	20,70	0,23	1,09
1,00%	21,43	20,89	20,99	21,10	0,29	1,36
1,50%	20,06	20,11	21,28	20,48	0,69	3,38

Fonte: Autora.

Tabela 22 - Análise de variância entre os resultados de módulo de elasticidade dos corpos de prova na idade de 28 dias.

ANOVA						
<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	3,06444	4	0,76611	3,437629	0,051537	3,47805
Dentro dos grupos	2,2286	10	0,22286			
Total	5,29304	14				

Fonte: Autora.

APÊNDICE II – RESULTADOS DA RESISTÊNCIA À FLEXÃO DAS PASTAS E ANÁLISE DE VARIÂNCIA

Tabela 23 - Resultado da resistência à flexão das pastas na idade de 7 dias.

Composição	Resistência à flexão (MPa)			Médias (MPa)	Desvio Padrão (MPa)	Coef. Var. (%)
	CP1	CP2	CP3			
Referência	4,23	4,56	4,67	4,49	0,23	5,10
0,25%	8,31	6,86	6,93	7,37	0,82	1,11
0,50%	6,62	7,92	6,87	7,14	0,69	9,66
1,0%	8,49	9,00	9,87	9,12	0,70	7,67
1,5%	7,09	7,17	9,38	7,88	1,30	16,50

Fonte: Autora.

Tabela 24 - Análise de variância entre os resultados de resistência à flexão dos corpos de prova na idade de 7 dias.

ANOVA						
Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	34,62824	4	8,65706	12,83326	0,000597	3,47805
Dentro dos grupos	6,7458	10	0,67458			
Total	41,37404	14				

Fonte: Autora.

Tabela 25 - Resultado da resistência à flexão das pastas na idade de 28 dias.

Composição	Resistência à flexão (MPa)			Médias (MPa)	Desvio Padrão (MPa)	Coef. Var. (%)
	CP1	CP2	CP3			
Referência	7,94	5,35	7,96	7,08	1,50	21,23
0,25%	8,24	7,89	7,73	7,95	0,26	3,27
0,50%	10,28	9,25	8,41	9,31	0,94	10,10
1,0%	9,42	9,05	9,83	9,43	0,39	4,13
1,5%	9,86	8,71	9,68	9,42	0,62	6,58

Fonte: Autora.

Tabela 26 - Análise de variância entre os resultados de resistência à flexão dos corpos de prova na idade de 28 dias.

ANOVA						
<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	13,7420667	4	3,435517	4,600851	0,022934	3,47805
Dentro dos grupos	7,46713333	10	0,746713			
Total	21,2092	14				

Fonte: Autora.

APÊNDICE III – RESULTADOS DE RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO DOS CORPOS DE PROVA CILINDRICOS

Tabela 27 - Resultado da resistência à compressão dos corpos de prova cilíndricos na idade de 7 dias.

Composição	Resistência à compressão 7 dias (MPa)							
	CP1	CP2	CP3	CP4	CP5	CP6	CP7	CP8
Referência	34,21	39,19	38,20	34,63	37,30	34,60	39,23	39,98
0,25%	46,15	49,05	47,94	54,24	53,41	49,43	47,17	46,35
0,50%	44,60	45,73	47,71	47,64	43,64	45,93	42,65	46,15
1,00%	38,58	45,37	42,68	47,05	43,29	37,93	48,36	38,48
1,50%	46,56	41,28	44,12	46,66	40,76	39,37	39,60	40,04

Composição	Médias (MPa)	Desvio Padrão	Coef. Var.
Referência	37,17	2,36	6,36
0,25%	49,22	3,08	6,25
0,50%	45,51	1,79	3,94
1,00%	42,72	4,07	9,53
1,50%	42,30	3,04	7,19

Fonte: Autora.

Tabela 28 - Análise de variância entre os resultados de resistência à compressão dos corpos de prova cilíndricos na idade de 7 dias.

ANOVA						
Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	630,404	4	157,601	17,863	0,0000000448	2,641465
Dentro dos grupos	308,7967	35	8,822764			
Total	939,2007	39				

Fonte: Autora.

Tabela 29 - Resultado da resistência à compressão dos corpos de prova cilíndricos na idade de 28 dias.

Composição	Resistência à compressão 28 dias (MPa)							
	CP1	CP2	CP3	CP4	CP5	CP6	CP7	CP8
Referência	55,13	54,59	46,23	52,71	49,67	54,59	47,13	51,34
0,25%	56,88	69,93	65,99	68,95	56,02	59,87	68,91	67,16
0,50%	54,52	56,18	51,76	63,73	58,94	61,31	53,89	67,05
1,00%	50,56	62,67	62,74	57,33	61,45	51,79	51,56	62,34
1,50%	58,03	59,91	55,80	55,12	55,89	60,54	57,83	59,34

Composição	Médias (MPa)	Desvio Padrão	Coef. Var.
Referência	51,42	3,46	6,73
0,25%	64,21	5,72	8,91
0,50%	58,42	5,30	9,07
1,00%	57,56	5,47	9,50
1,50%	57,81	2,04	3,53

Fonte: Autora.

Tabela 30 - Análise de variância entre os resultados de resistência à compressão dos corpos de prova cilíndricos na idade de 28 dias.

ANOVA						
Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	657,637115	4	164,4093	7,696985	0,000147	2,641465
Dentro dos grupos	747,607675	35	21,36022			
Total	1405,24479	39				

Fonte: Autora.

APÊNDICE IV – RESULTADOS DE RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO DOS CORPOS DE PROVA PRISMÁTICOS

Tabela 31 - Resultado da resistência à compressão de corpos de prova prismáticos na idade de 7 dias.

Composição	Resistência à compressão (MPa)			Médias (MPa)	Desvio Padrão (MPa)	Coef. Var. (%)
	CP1	CP2	CP3			
Referência	31,41	31,08	28,20	30,23	1,77	5,85
0,25%	36,55	34,08	34,68	35,10	1,29	3,67
0,50%	30,38	31,56	30,55	30,83	0,64	2,07
1,00%	29,88	31,75	29,70	30,44	1,14	3,74
1,50%	31,13	29,73	31,90	30,92	1,10	3,56

Fonte: Autora.

Tabela 32 - Análise de variância entre os resultados de resistência à compressão dos corpos de prova prismáticos na idade de 7 dias.

ANOVA						
Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	49,49584	4	12,37396	8,052434	0,003594	3,47805
Dentro dos grupos	15,36673333	10	1,536673333			
Total	64,86257333	14				

Fonte: Autora.

Tabela 33 - Resultado de resistência à compressão de corpos de prova prismáticos na idade de 28 dias.

Composição	Resistência à compressão (MPa)			Médias (MPa)	Desvio Padrão (MPa)	Coef. Var. (%)
	CP1	CP2	CP3			
Referência	39,73	39,56	39,26	39,52	0,24	0,61
0,25%	44,83	44,13	41,00	43,32	2,04	4,71
0,50%	44,88	43,45	43,90	44,08	0,73	1,66
1,00%	42,28	43,87	48,70	44,95	3,34	7,43
1,50%	46,83	42,98	45,13	44,98	1,93	4,29

Fonte: Autora.

Tabela 34 - Análise de variância entre os resultados de resistência à compressão dos corpos de prova prismáticos na idade de 28 dias.

ANOVA						
Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	61,31564	4	15,32891	3,900096	0,036804	3,47805
Dentro dos grupos	39,30393333	10	3,930393333			
Total	100,6195733	14				

Fonte: Autora.

APÊNDICE V – RESULTADOS DE ÍNDICE DE VAZIOS

Tabela 35 - Resultado da massa seca das amostras aos 7 dias.

Composição	Massa seca Média (g)	Desvio padrão (g)	Coefficiente de variação (%)
Referência	23,60	0,32	1,35
0,25%	24,72	0,32	1,31
0,50%	24,22	0,20	0,82
1,00%	23,96	0,13	0,56
1,50%	24,18	0,32	1,32

Fonte: Autora.

Tabela 36 - Resultado da massa saturada das amostras aos 7 dias.

Composição	Massa saturada Média (g)	Desvio padrão (g)	Coefficiente de variação (%)
Referência	29,61	0,35	1,17
0,25%	30,97	0,42	1,37
0,50%	30,28	0,20	0,65
1,00%	29,80	0,14	0,47
1,50%	29,88	0,45	1,49

Fonte: Autora.

Tabela 37 - Resultado da massa submersa saturada das amostras aos 7 dias.

Composição	Massa submersa saturada Média (g)	Desvio padrão (g)	Coefficiente de variação (%)
Referência	16,22	0,29	0,56
0,25%	11,72	0,31	0,92
0,50%	11,63	0,22	1,14
1,00%	12,41	0,17	1,03
1,50%	13,51	0,28	0,87

Fonte: Autora.